N° D'ORDRE
48

THÈSE

PRÉSENTÉE

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE LYON

POUR OBTENIR

LE DIPLOME DE DOCTEUR DU TROISIÈME CYCLE DE CHIMIE GÉNÉRALE

PAR

Yves FÉTIVEAU
Licencié ès-Sciences

DIFFUSIVITÉ THERMIQUE D'OXYDES RÉFRACTAIRES POREUX

Soutenue le 28 Octobre 1961 devant la Commission d'Examen.

MM. R BERNARD.... *Président*

Ch. EYRAUD ....
L. EYRAUD .....
J. ELSTON .....
L. SICARD..... } *Membres du Jury*

LYON
Imprimerie BOSC Frères
42, quai Gailleton, 42

1961

N° D'ORDRE
48

THÈSE

PRÉSENTÉE

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE LYON

POUR OBTENIR

LE DIPLOME DE DOCTEUR DU TROISIÈME CYCLE DE CHIMIE GÉNÉRALE

PAR

Yves FÉTIVEAU

Licencié ès-Sciences

DIFFUSIVITÉ THERMIQUE D'OXYDES RÉFRACTAIRES POREUX

Soutenue le 28 Octobre 1961 devant la Commission d'Examen.

MM. R BERNARD.... *Président*

Ch. EYRAUD ....
L. EYRAUD ..... } *Membres du Jury*
J. ELSTON .....
L. SICARD.....

LYON
Imprimerie BOSC Frères
42, quai Gailleton, 42

1961

R. UNIV.
BIBLIOTHEEK
LEIDEN

UNIVERSITE DE LYON - FACULTE DES SCIENCES

Doyens honoraires

MM. LONGCHAMBON, DOUIN, MOUSSA

Professeurs honoraires

MM. LOCQUIN, deLARAMBERGUE, DOEUVRE, SOLLAUD, MENTZER, MOUSSA.

Doyen

M. GAUTHIER H.

Assesseur

M. BRACONNIER.

Professeurs

MM. LONGCHAMBON	Minéralogie
DOUIN	Botanique
DEJARDIN	Physique générale
EYRAUD H.	Calcul différentiel et intégral.
COURTY	Chimie-Physique
PRETTRE	Chimie Industrielle
KUHNER	Microbiologie et Mycologie
MALECOT	Mécanique rationnelle et appliquée
PARIS	Chimie Minérale
AUMERAS	Chimie
COLONGE	Chimie Organique
FLANDRIN	Géologie Appliquée
JANIN	Physique expérimentale
BERNARD	Physique industrielle
DUFAY J.	Astronomie
NIGON	Zoologie expérimentale
GAUTHIER H.	Géologie
VIRET	Géologie
WAUTIER	Zoologie
CHOPIN	Chimie biologique
CUEILLERON	Chimie
BRACONNIER	Mathématiques
EYRAUD Ch.	Chimie Physique appliquée
JAFFARD	Méthodes Mathématiques de la
SARAZIN	Physique nucléaire-physique
BOIDIN	Botanique
PERES	Physiologie
MESNARD	Electronique
GRANDMONTAGNE	Physique

Professeurs sans chaire

MM.	BOUTILLIER	Minéralogie
	DREUX	Chimie organique
	LAFOUCRIERE	Physique nucléaire
	TEICHNER	Chimie industrielle
	GAUME	Physique
	MERLIN	Chimie M. P. C.
	PACHECO	Chimie biologique
	PAVANS de CECCATTY	Zoologie
	PHILBERT	Physique nucléaire

Maîtres de Conférences

MM.	DEPRAZ	Physique nucléaire
	FERON	Mathématiques
	BERSILLON	Physiologie végétale S. P. C. N
	DAVID L.	Géologie
	GAUTHIER J.	Chimie
	LAFORGUE	Physique
	LEGAY	Zoologie expérimentale S. P. C.N
	UZAN	Physique S. P. C. N
	CHENEVOY	Géologie appliquée
Mle	MAITROT	Physique
	CHANEL	Psychophysiologie
	ASCH	Physique
	DUFAY M.	Physique
	GINET	Zoologie
	MAURY	Mathématiques
	MICHEL	Minéralogie
Mme	ERICSON	Physique générale
	GEVIN	Géologie
	PONASSE	Mathématiques
	LEFEBVRE	Mathématiques
	D'INCAN	Physique
	COHEN-ADAD	Chimie
	MARTEL	Mécanique
	PERNET	Mathématiques

Maître de Conférences adjoints

MM.	PIERRON	Chimie
	LEMONDE	Physique

Secrétaire Principal honoraire

M. ROUX

Secrétaire Principal

M. BURNET

Ce travail a été effectué dans les laboratoires de Physique de l'Institut National des Sciences Appliquées. Nous tenons à exprimer toute notre gratitude à MM. Lucien EYRAUD et Louis SICARD, Maîtres de Conférences à l'I.N.S.A pour l'aide et les conseils qu'ils nous ont toujours prodigués; qu'ils soient assurés de notre profonde reconnaissance.

Que M. BERNARD, Professeur à la Faculté des Sciences, Chef du Département de Physique de l'I.N.S.A, trouve ici l'expression de nos remerciements les plus sincères pour l'honneur qu'il nous a fait en acceptant d'être Président de notre jury.

Nous adressons nos plus vifs remerciements à M. Charles EYRAUD, Professeur à la Faculté des Sciences, Chef du Département de Mécanique, pour la bienveillante attention avec laquelle il a suivi nos recherches.

Ces travaux ont été poursuivis grâce à l'appui matériel et moral du Commissariat à l'Energie Atomique, Centre d'Etudes Nucléaires de Saclay, et particulièrement de M. SALESSE, Chef du Département de Métallurgie, de M. CAILLAT Chef du Service de Chimie des Solides et de M. ELSTON son adjoint, auxquels nous exprimons toute notre gratitude.

Nous remercions vivement tous nos collaborateurs et camarades du Département de Physique, pour l'aide qu'ils nous ont apportée et pour l'ambiance d'amitié et de solidarité qu'ils ont su créer au laboratoire.

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41550007_0043

TABLE DES MATIERES

Introduction 1

PREMIERE PARTIE

Chapitre I. Conduction de la chaleur en régime variable ..; 2
1. Résolution de l'équation de Fourièr simplifiée.
2. Résolution de l'équation générale de Fourièr

Chapitre II. Principe de la mesure du coefficient de diffusivité thermique 9
1. Grandeurs mesurables
2. Conditions dues aux dimensions finies de l'échantillon.

DEUXIEME PARTIE

Chapitre I. Appareillage 12
1. Dispositif d'attaque thermique
2. Préparation et disposition de l'échantillon
3. Couples thermoélectriques
4. Chauffage d'ambiance
5; Dispositif de mesures

Chapitre II. Résultats 26
A. Mesures effectuées sur des oxydes purs
B. Mesures effectuées sur des échantillons d'un même oxyde, de porosités différentes.
C. Coefficient de diffusivité d'un matériau constitué de deux blocs en contact sur une surface plane.

Chapitre III. Précision et interprétation des résultats .. 39
1. Précision des mesures
2. Interprétation des résultats

Conclusion 51

INTRODUCTION

Ce travail a pour but de déterminer expérimentalement le coefficient de diffusivité d'oxydes réfractaires purs frittés, et d'étudier l'influence de la porosité sur les propriétés thermiques de ces oxydes.

Nous avons monté, pour des essais systématiques, un des dispositifs employés par L.SICARD (1) (2). Nous rappellerons le principe des mesures et la constitution de ce dispositif. Nous donnerons ensuite les courbes de variation avec la température du coefficient de diffusivité d'oxydes purs frittés denses et poreux. Enfin, nous étudierons l'influence d'un contact rectifié solide-solide sur la diffusivité thermique d'un matériau.

P R E M I E R E P A R T I E

C H A P I T R E I

CONDUCTION DE LA CHALEUR EN REGIME VARIABLE

Equation de la chaleur :

Rapportons à trois axes de coordonnées rectangulaires un solide homogène et isotrope soumis à des perturbations thermiques d'origines externes et transmises par conduction. La température en un point M (x,y,z,) est fonction de ces coordonnées et du temps t :

$$\theta = f(x,y,z,t) \qquad (1)$$

La quantité totale de chaleur traversant pendant un temps dt la surface s limitant un volume v de ce solide est donnée par :

$$dQ = \iint_s K \vec{n} \overrightarrow{\text{grad}}\,\theta \, dt \; ds \qquad (2)$$

K étant le coefficient de conductivité thermique et $\vec{n}$ le vecteur unitaire normal à la surface s et dirigé vers l'extérieur.

S'il n'y a pas dans le domaine v d'autres causes de perturbations thermiques ou de dégagement de chaleur positif ou négatif, l'introduction dans ce domaine de la quantité de chaleur d Q aura pour seul effet d'augmenter la température en un point M appartenant au domaine v, d'une quantité

$$d\theta = \frac{\partial \theta}{\partial t} dt$$

soit ρ la masse spécifique et c la chaleur spécifique du solide, l'élément de volume d v a pour capacité calorifique $\rho c \, d v$ et l'accroissement de température $d\theta$ nécéssite une quantité de chaleur :

$$dQ = \iiint_v \rho c \frac{\partial \theta}{\partial t} dt \, dv \qquad (3)$$

et :

$$\iint_s K \vec{n} \overrightarrow{\text{grad}}\,\theta \, dt \, ds = \iiint_v \rho c \frac{\partial \theta}{\partial t} dt \, dv \qquad (4)$$

et en transformant l'intégrale double en intégrale triple on obtient finalement :

$$\frac{\partial \theta}{\partial t} = \frac{1}{\rho c} \operatorname{div} (K \overrightarrow{\operatorname{grad}}\, \theta) \qquad (5)$$

Or le coefficient de conductivité thermique K est fonction de la température θ seule,

d'où

$$\frac{\partial \theta}{\partial t} = \frac{K}{\rho c} \operatorname{div} (\overrightarrow{\operatorname{grad}}\, \theta) + \frac{1}{\rho c} \frac{\partial K}{\partial \theta} \overrightarrow{\operatorname{grad}}^2 \theta \qquad (6)$$

Le rapport $K/\rho c$ est indépendant des unités thermiques, il a pour dimensions

$$[L]^2 \quad [T]^{-1}$$

et s'exprime en cm^2/sec dans le système C G S. Lord Kelvin lui a donné le nom de coefficient de diffusité thermique : $D = K/\rho c$ et on peut écrire :

$$\frac{\partial \theta}{\partial t} = D \operatorname{div} \overrightarrow{\operatorname{grad}}\, \theta + \frac{1}{\rho c} \frac{dK}{d\theta} \overrightarrow{\operatorname{grad}}^2 \theta \qquad (7)$$

c'est l'équation générale de Fourier (Carslaw and Jaeger [4] WHMc Adams [5] Kern [6])

A partir de cette équation il faut distinguer deux cas :

1er cas : Dans l'intervalle de température correspondant à l'attaque thermique, le coefficient de conductivité K varie peu avec la température, de sorte que l'on peut négliger $dK/d\theta$, l'équation de Fourier s'écrit alors :

$$\frac{\partial \theta}{\partial t} = D \operatorname{div} \overrightarrow{\operatorname{grad}}\, \theta \qquad (8)$$

$$\frac{\partial \theta}{\partial t} = D \left(\frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \theta}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 \theta}{\partial z^2} \right)$$

Considérons le problème à une seule dimension, c'est à dire un solide illimité soumis à des perturbations thermiques planes. Seuls interviennent alors la coordonnée x et le temps t. On a donc seulement dans ce cas :

$$\frac{\partial \theta}{\partial t} = D \frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} \qquad (9)$$

Cherchons pour cette équation une solution sinusoïdale de la forme :

$$\theta = \theta_o \; e^{-mx} \sin(\omega t - p\,x)$$

Déterminons les constantes m et p en dérivant θ, une fois par rapport à t et deux fois par rapport à x et en reportant les valeurs obtenues dans l'équation (9) on obtient :

$$\omega \theta_o \, e^{-mx} \cos(\omega t - p\,x) = D\left[(m^2 - p^2)\,\theta_o \, e^{-mx} \sin(\omega t - px) + 2pm\,\theta_o \, e^{-mx} \cos(\omega t - px)\right]$$

équation qui doit être vérifiée quel que soit t, on doit donc avoir

$$m^2 - p^2 = o \text{ et il vient alors :}$$

$$m = p = \pm \sqrt{\frac{\omega}{2D}}$$

mais la solution $m=p= -\sqrt{\frac{\omega}{2D}}$ correspond à une variation sinusoïdale qui s'amplifie quand on considère des points d'abcisse x croissante, ce qui est contraire au phénomène observé dans un solide semi infini excité sur une face plane. Il reste donc seulement la solution :

$$\theta = \theta_o \, e^{-\sqrt{\frac{\omega}{2D}}} \sin\left(\omega t - x\sqrt{\frac{\omega}{2D}}\right) \quad (10)$$

La quantité $\lambda = 2\pi\sqrt{\frac{2D}{\omega}}$ peut être assimilée à une longueur d'onde et on peut établir une analogie entre la propagation d'un tel ébranlement thermique et la propagation d'une onde. θ_o est alors l'amplitude de l'onde thermique sinusoïdale sur la face d'attaque.

Cette onde se propageant dans un milieu homogène s'amortit très rapidement et si on considère deux points d'abscisses x_1 et x_2 ($x_2 > x_1$) par rapport à la face d'attaque, les amplitudes maxima en ces points étant θ_1 et θ_2 on a les résultats suivants :

$\frac{x_2 - x_1}{\lambda}$	$\frac{\theta_2}{\theta_1}$
1/30	0,811
1/20	0,730
1/10	0,532
1/4	0,208
1/2	0;0432
1	0,00187

En observant la variation de température en ces deux points x_1 et x_2 , on peut déduire le coefficient dediffusivité en effet on a :

$$\frac{\theta_2}{\theta_1} = e^{(x_1 - x_2)\sqrt{\frac{\omega}{2D}}} \qquad (11)$$

ou $$D = \frac{\omega (x_2 - x_1)^2}{2(\mathrm{Log}\,\theta_2 - \mathrm{Log}\,\theta_1)^2}$$

2ème cas

K varie rapidement avec la température dans l'intervalle de température de l'attaque thermique, on ne peut plus négliger $dK/d\theta$ et d'autant moins que le matériau est mauvais conducteur, car alors $\overrightarrow{\mathrm{grad}}\,\theta$ est grand et le produit $dK/d\theta\ \overrightarrow{\mathrm{grad}}^2\theta$ l'est aussi . Il faut résoudre l'équation générale de Fourier(7)

$$\frac{\partial\theta}{\partial t} = D\ \mathrm{div}\ \overrightarrow{\mathrm{grad}}\,\theta + \frac{1}{\rho c}\frac{dK}{d\theta}\ \overrightarrow{\mathrm{grad}}^2\theta$$

Nous utiliserons un calcul que nous ont proposé L. Sicard, L. Eyraud, J. Elston et CH. Eyraud [3]

Dans le cas d'une onde plane, l'équation (7) s'écrit :

$$\frac{K}{\rho c}\frac{\partial^2\theta}{\partial x^2} + \frac{1}{\rho c}\frac{dK}{d\theta}\left(\frac{\partial\theta}{\partial x}\right)^2 = \frac{\partial\theta}{\partial t} \qquad (13)$$

Soit une fonction intermédiaire, f (x,t.), θ étant alors fonction de f seulement ;
l'équation (13) peut s'écrire :

$$\left(\frac{\partial\rho}{\partial x}\right)^2 \left[\frac{K}{\rho c}\frac{d^2\theta}{df^2} + \frac{1}{\rho c}\frac{dK}{d\theta}\left(\frac{d\theta}{d\rho}\right)^2\right] + \frac{K}{\rho c}\frac{d\theta}{d\rho}\frac{\partial^2\rho}{\partial x^2} = \frac{d\theta}{d\rho}\frac{\partial\rho}{\partial t} \qquad (14)$$

Supposons que la fonction $\theta(\rho)$ soit telle que le coefficient de $(\partial\rho/\partial x)^2$ soit nul :

$$\frac{K}{\rho c}\frac{d^2\theta}{d\rho^2} + \frac{1}{\rho c}\frac{dK}{d\theta}\left(\frac{d\theta}{d\rho}\right)^2 = 0$$

La fonction φ est alors une solution de l'équation :

$$\frac{K}{\rho c}\frac{\partial^2 \varphi}{\partial x^2} = \frac{\partial \varphi}{\partial t} \qquad (15)$$

On peut écrire l'équation (14) sous la forme :

$$K\frac{d}{d\theta}\left(\frac{d\theta}{d\varphi}\right) + \frac{dK}{d\theta}\frac{d\theta}{d\varphi} = 0$$

Or cette dernière équation est la différentielle totale de

$$K\frac{d\theta}{d\varphi} = \frac{1}{B} \text{ où B est une constante}$$

$$\text{d'où } d\varphi = B\,K\,d\theta \qquad (16)$$

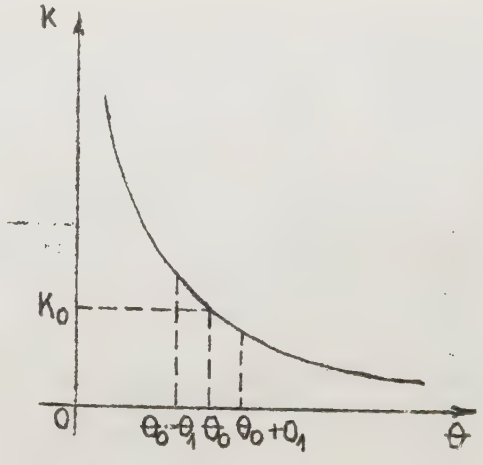
Soit θ la température moyenne en un point d'abcisse x à partir de la face d'attaque et K la valeur moyenne du coefficient de conductivité à cette température. Si l'amplitude θ_1 de l'attaque thermique sinusoïdale est faible, on peut admettre que K suit dans l'intervalle de température $[\theta_o - \theta_1]$ et $[\theta_o + \theta_1]$ une loi de la forme :

$$K = K_o\left[1 - \alpha(\theta - \theta_o)\right]$$

$$\text{d'où } d\varphi = BK_o\left[1 - \alpha(\theta - \theta_o)\right]d\theta \qquad (17)$$

φ étant une fonction arbitraire, on peut choisir la constante d'intégration B telle que $B K_o = 1$ et en intégrant l'équation (17) on obtient :

$$\varphi = (\theta - \theta_o) - \frac{\alpha}{2}(\theta - \theta_o)^2 + \text{cste} \qquad (18)$$



On prendra la constante égale à zéro et en posant $\theta - \theta_o = u$ on obtient une équation du second degré :

$$\frac{\alpha}{2}u^2 - u + \varphi = 0$$

dont la solution va nous permettre de déterminer la fonction φ. Le discriminant de cette équation est : $\Delta = 1 - 2\alpha\varphi$

$$\sqrt{\Delta} = \sqrt{1 - 2\alpha\varphi} \# 1 - \alpha\varphi - \frac{\alpha^2}{2}\varphi^2$$

d'où les deux solutions :

$$u_1(\vartheta) = \frac{1 + 1 - \alpha\vartheta - \frac{\alpha}{2}^2 \cdot \vartheta^2}{\alpha} = \frac{2}{\alpha} - \vartheta - \frac{\alpha}{2}\vartheta^2$$

$$u_2(\vartheta) = \frac{1 - 1 + \alpha\vartheta + \frac{\alpha\vartheta^2}{2}}{\alpha} = \vartheta + \frac{\alpha}{2}\vartheta^2$$

α étant petit, l'équation (18) nous montre que u et ϑ sont du même ordre de grandeur. La seule solution qui convienne est donc $u_2(\vartheta)$ d'où :

$$\theta = \theta_o + \vartheta + \frac{\alpha}{2}\vartheta^2 \qquad (19)$$

Les conditions aux limites étant $\theta(o,t) = \theta_o + \theta_1 \cos\omega t$ on a d'après l'équation (18) :

$$\vartheta(o,t) = \theta_1 \cos\omega t - \frac{\alpha}{2}\theta_1^2 \cos^2 \omega t$$

ou

$$\vartheta(o,t) = -\frac{\alpha}{4}\theta_1^2 + \theta_1 \cos\omega t - \frac{\alpha}{4}\theta_1 2 \cos 2\omega t$$

$\vartheta(x,t)$ satisfaisant à l'équation (15) dans laquelle nous supposerons K et ρ c constants pour de faibles valeurs de l'amplitude θ_1 , on peut écrire :

$$\vartheta(x,t) = Qx - \frac{\alpha}{4}\theta_1 e^{-\mu x} \cos(\omega t - \gamma x) - \frac{\alpha}{4}\theta_1^2 e^{-\gamma x\sqrt{2}}$$

$\cos(2\omega t - \gamma x\sqrt{2})$.

avec

$$\mu = \sqrt{\frac{\omega}{2D}} \quad \text{et} \quad D = \frac{K}{\rho c}$$

Le terme Qx provient du gradient de température continu superposé.
Et d'après l'équation (19) on obtient en se limitant aux termes du second ordre :

$$\theta = \theta_o + Qx + \frac{\alpha}{4}\theta_1^2\left[e^{-2\gamma x} - 1\right] - \frac{\alpha Q^2}{2}x^2$$
$$+ (1+\alpha Qx)\theta_1 e^{-\mu x} \cos(\omega t - \gamma x) \qquad (20)$$
$$+ \frac{\alpha\theta_1^2}{4} e^{-2\mu x} \cos(2\omega t - 2\mu x) - \frac{\alpha\theta_1^2}{4} e^{-\gamma x\sqrt{2}} \cos(2\omega t + x\sqrt{2})$$

La solution (20) fait apparaître un régime permanent superposé à un régime variable composé d'un terme fondamental :

$$(1+\alpha Qx)\theta_1 e^{-\mu x} \cos(\omega t - \mu x)$$

et d'harmoniques. L'harmonique deux comprend deux composantes:

$$\frac{\alpha \theta_1^2}{-\mu^4 x \sqrt{2})} e^{-2\mu x} \cos(2\omega t - 2\mu x) \text{ et } \frac{\alpha \theta_1^2}{4} e^{-\mu x\sqrt{2}} \cos(2\omega t$$

Ces deux composantes ont pour modules respectifs :

$$V_1 = \frac{\alpha \theta_1^2}{4} e^{-2\mu x} \quad \text{et } V_2 = \frac{\alpha \theta_1^2}{4} e^{-\mu x\sqrt{2}}$$

et pour phases : $\varphi_1 = 2\omega t - 2\mu x$ et $\varphi_2 = 2\omega t - \mu x\sqrt{2}$

En prenant le premier vecteur $\overrightarrow{V_1}$ comme axe fixe de référence le deuxième $\overrightarrow{V2}$ ayant même origine est déphasé par rapport au premier de $\varphi = \varphi_2 - \varphi_1 = \mu x (2 - \sqrt{2})$

son extrémité décrit une spirale logarithmique d'équation

$$\rho = \frac{\alpha \theta_1^2}{4} e^{-\varphi(1+\sqrt{2})}$$

Le vecteur différence $\overrightarrow{V_1} - \overrightarrow{V_2}$ correspondant aux deux composantes de l'harmonique 2 a pour amplitude maximum le maximum d'amplitude de $\overrightarrow{V_1}$ soit : $\alpha\theta_1^2/4$

L'amplitude maximum de l'harmonique 2 est $\alpha\theta_1^2/4$

il a donc une amplitude relative par rapport au fondamental égale à $\alpha\theta_1/4$

Nous utiliserons plus loin ces conclusions pour déterminer l'erreur qui entache la valeur du coefficient de diffusité thermique D calculée en supposant constant le coefficient de conductivité K.

CHAPITRE II

Principe de la mesure du coefficient de diffusivité thermique

1) Grandeur mesurable

En supposant négligeable la variation avec la température, du coefficient de conductivité K nous sommes arrivés à l'équation (12) :

$$D = \frac{\omega (x_2 - x_1)^2}{2(\text{Log}\,\theta_2 - \text{Log}\,\theta_1)^2}$$

Cette équation ne fait intervenir que des grandeurs directement mesurables :
ω et $(x_2 - x_1)$ sont obtenus par des mesures absolues de la période et de la longueur entre les deux points d'abcisses x_2 et x_1. $(\text{Log}\,\theta_1 - \text{Log}\,\theta_2)$ est obtenu, par la mesure relative des amplitudes de l'onde thermique aux deux points d'abcisses x_1 et x_2.

2) Conditions dues aux dimensions finies de l'échantillon.

Tous les calculs précédents ont été éffectués en raisonnant sur un solide semi-infini, or la réalisation pratique de la mesure nécessite l'emploi d'échantillons de dimensions finies. Il convient donc de définir quelles doivent être les conditions expérimentales compatibles avec une limite supérieure calculable de l'erreur entachant la mesure du coefficient D.

Ces calculs ont été fait par L. Sicard (Thèse) En tenant compte des dimensions finies de la surface sur laquelle se fait l'attaque thermique et des pertes par convexion, conduction et rayonnement sur les parois latérales de l'échantillon il a été amené aux conclusions suivantes :

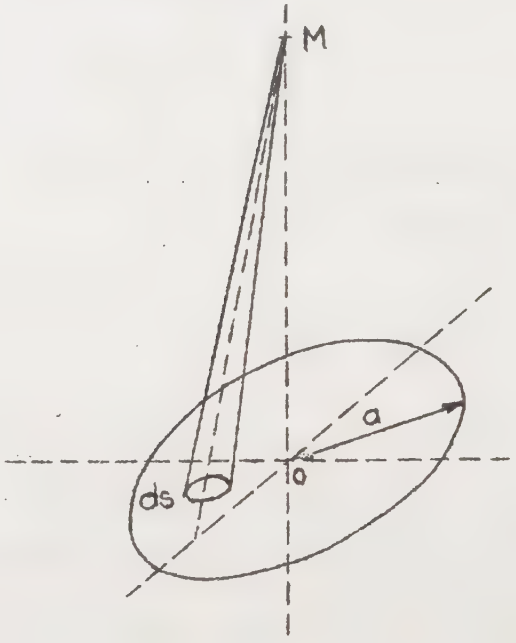
a) La longueur d'onde λ doit être inférieure au rayon moyen de la section droite de l'échantillon pour éviter les effets de bords.

b) La longueur d'onde λ doit être comprise entre $2\pi x_1$ et $2\pi x_2$ pour calculer D avec une précision maximum à partir des données expérimentales.

c) Si λ est trop faible, les thermocouples sont très voisins et leur distance n'est pas connue avec une précision relative suffisante.

d) λ doit être grand vis à vis du diamètre de la section droite des thermocouples.

Nous allons rappeler les calculs nous permettant d'arriver aux conclusions a et b.



- a - Rapport entre la longueur d'onde et le rayon moyen de la section droite de l'échantillon.

Considérons un échantillon dont la surface d'attaque thermique est circulaire, de rayon a et de centre o et un élément chauffant ds de cette surface. L'équation de Fourier étant une équation linéaire, l'effet thermique en un point M de l'axe du cercle est la somme d'une infinité de solutions sphériques de la forme

$$d\theta = \frac{A}{r} e^{-\mu r} \sin(\omega t - \mu r) ds$$

Avec $\mu = \sqrt{\frac{\omega}{2D}}$ et r la distance de M à l'élément ds.

En intégrant cette équation on obtient l'effet thermique en M :

$$\theta(M) = A \frac{\pi}{\mu} \sqrt{2} \left[e^{-\mu x} \sin\left(\omega t - \mu x + \frac{3\pi}{4}\right) - e^{-\mu \sqrt{a^2 + x^2}} \sin\left(\omega t - \mu \sqrt{a^2 + x^2} + \frac{3\pi}{4}\right) \right.$$

x étant l'abcisse de M sur la normale en o à la surface d'attaque.

L'écart entre cette solution et celle correspondant à un échantillon dont la surface d'attaque serait infinie est mesuré par le second des termes entre crochets.

Pour que cet écart soit négligeable, il faut que le rapport

$$\frac{e^{-\mu \sqrt{a^2 + x^2}}}{e^{-\mu x}} = e^{\mu (x - \sqrt{a^2 + x^2})}$$ soit faible

mais si x est petit par rapport à a on peut écrire : $x - \sqrt{a^2 + x^2} \# -a$

et si on pose $\mu a = 2\pi$

soit $a = \frac{2\pi}{\mu} = \lambda$ on a alors :

$$e^{\mu (x - \sqrt{a^2 + x^2})} = e^{-2\pi} = 0{,}0019$$

Si donc le rayon de la surface d'attaque thermique est au plus égal à la longueur d'onde on a une erreur inférieure à deux millième.

- b - Rapport entre la longueur d'onde λ et les abcisses x_1 et x_2, par rapport à la face d'attaque des deux premiers thermocouples.

Soient θ_1 et θ_2 les amplitudes de l'onde thermique observées aux points d'abcisses x_1 et x_2 . Si on néglige les erreurs sur la mesure de la fréquence et sur la mesure des distances, l'erreur relative sur D est :

$$\frac{\Delta D}{D} = \left(\frac{\Delta\theta_1}{\theta_1} + \frac{\Delta\theta_2}{\theta_2}\right) \frac{2}{\text{Log}\,\theta_1 - \text{Log}\,\theta_2}$$

Or en un point d'abcisse x l'amplitude de l'onde est :

$$\theta = e^{-\gamma x} \quad \text{avec} \quad \gamma = \sqrt{\frac{\omega}{2D}}$$

d'où : $$\frac{\Delta D}{D} = 2\,\Delta\theta\, \frac{e^{\gamma x_1} + e^{\gamma x_2}}{\gamma\,(x_2 - x_1)}$$

Cette erreur sera minimum lorsque γ varie si $\frac{1}{\gamma}(e^{\gamma x_1} + e^{\gamma x_2})$ est minimum c'est à dire lorsque la dérivée de cette expression est nulle soit :

$$-\frac{1}{\gamma^2}\left(e^{\gamma x_1} + e^{\gamma x_2}\right) + \frac{1}{\gamma}\left(x_1 e^{\gamma x_1} + x_2 e^{\gamma x_2}\right) = 0$$

ou $$e^{\gamma(x_2 - x_1)} = \frac{1 - \gamma x_1}{\gamma x_2 - 1}$$

Les solutions de cette équation sont les abcisses du point d'intersection d'une courbe exponentielle

$$y = e^{\gamma(x_2 - x_1)}$$

et d'une hyperbole

$$y = \frac{1 - \gamma x_1}{\gamma x_2 - 1}$$

Appelons γ cette solution

On doit avoir :

$$x_1 < \frac{1}{\gamma} < x_2$$

Or on a vu que si l'on assimile l'ébranlement thermique à une onde, γ est lié à la longueur d'onde par la relation

$$\gamma = \frac{2\pi}{\lambda} \quad \text{et on obtient finalement}$$

$$2\pi x_1 < \lambda < 2\pi x_2$$

Si cette condition qui lie la longueur d'onde λ aux abcisses x_1 et x_2 est réalisée, la précision sur la mesure de D est maximum.

DEUXIEME PARTIE

CHAPITRE I

Appareillage

- Dispositif d'attaque thermique

Cette attaque thermique doit produire une variation périodique de la température en chaque point de l'échantillon. La solution théorique idéale consisterait en l'apport pendant une demi-période d'une quantité de chaleur q et en l'absorption pendant la demi-période suivante de cette même quantité de chaleur. Le gradient thermique au sein de l'échantillon demeurerait ainsi constamment nul. Malheureusement cette méthode de mesure est difficilement réalisable.

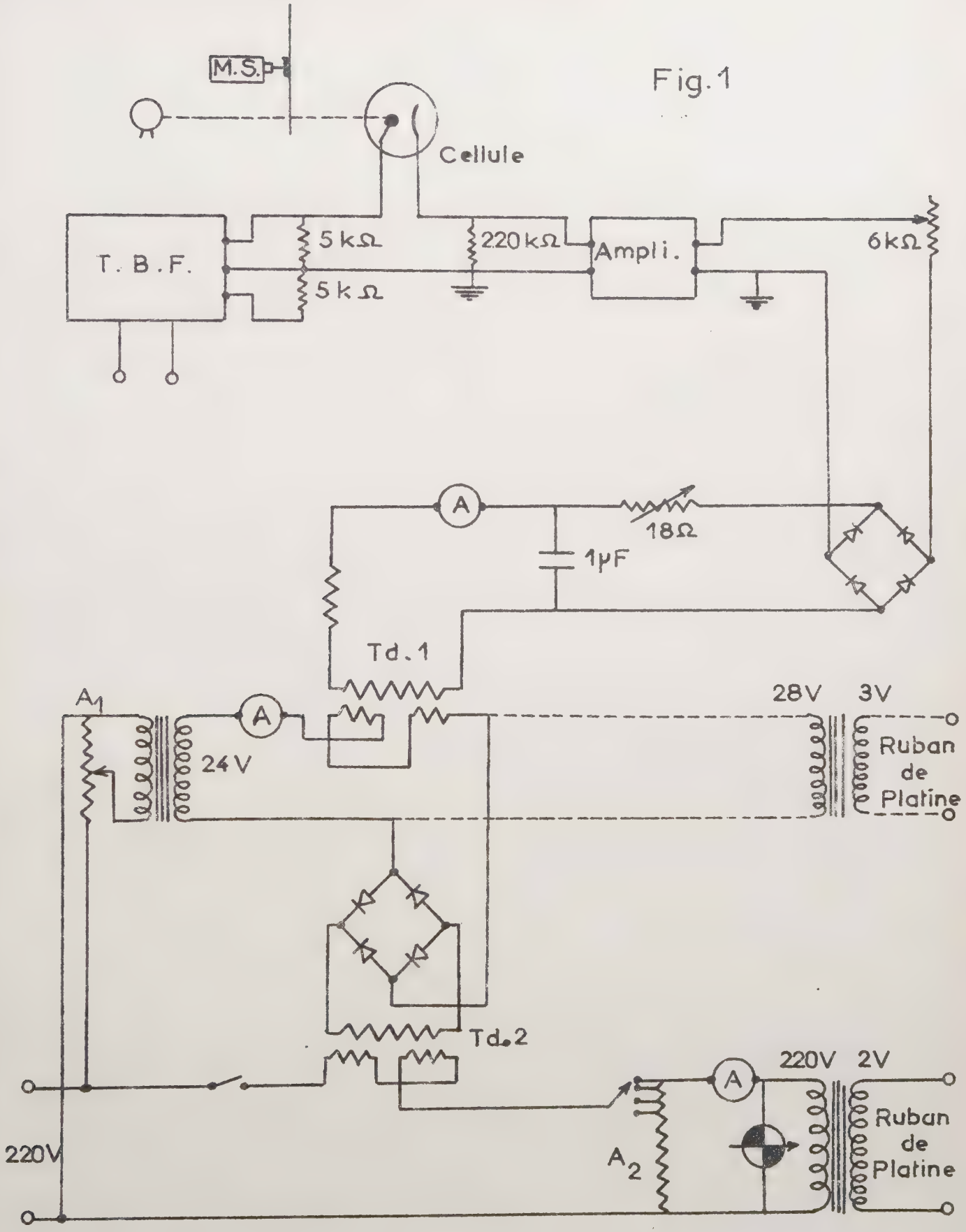
Toutes les autres méthodes employées consistent en un apport de calories alternativement variable, dans une section de l'échantillon. Plusieurs dispositifs ont été réalisés dans lesquels l'apport de calories se faisait soit par rayonnement, soit par conduction.

- a) Apport de calories par rayonnement

L'énergie est fournie par une lampe à incandescence dont on forme l'image du filament sur une section droite rectifiée de l'échantillon. La variation alternative de l'énergie reçue par cette face s'obtient en coupant alternativement le faisceau lumineux par un disque entrainé par un moteur. On parvient, en taillant cet obturateur par approximations successives à obtenir une variation de l'onde thermique rigoureusement sinusoïdale. Il semble donc que ce dispositif soit parfait, néanmoins son principal inconvénient consiste dans le fait qu'il est très difficile d'éclairer uniformément une surface étendue ; or nous avons vu qu'il est nécessaire, pour avoir une précision suffisante sur la mesure de D, que la longueur d'onde de l'onde thermique soit au plus égale au rayon de la section droite de l'échantillon. La nécessité d'utiliser avec ce dispositif de petits échantillons impose donc des conditions trop restrictives quant au choix de la longueur d'onde.

Notons enfin que la rupture du faisceau lumineux étant produite par un obturateur du type "obturateur à rideau" ne permet pas à tous les points de la surface d'attaque d'avoir le même programme d'éclairement.

Fig.1


M.S.
Cellule
T. B. F.
5 kΩ
5 kΩ
220 kΩ
Ampli.
6 kΩ
A
18Ω
1µF
Td. 1
A1
A
24 V
28V
3V
Ruban de Platine
Td. 2
220V
220V
2V
A2
A
Ruban de Platine

b) Apport de calories par conduction

Ce dispositif d'une utilisation plus souple que le précédent avait été mis au point par L. Eyraud, L. Sicard, R. Reynaud et C. Guillaud. [2]
L. Sicard avait fait quelques essais pour en vérifier le bon fonctionnement. Nous l'avons remonté dans les laboratoires de l'Institut National des Sciences Appliquées. Nous avons augmenté ses possibilités en puissance en ajoutant un transducteur au dispositif amplificateur et nous avons aménagé les différentes parties de manière à en faire un dispositif de mesures commodes et systématiques.

Nous allons étudier en détail la constitution et le fonctionnement de ce dispositif. Il est représenté schématiquement dans son ensemble figure 1. L'apport de calories est assuré ici par une lame chauffante mise en contact avec une section droite de l'échantillon.

Générateur d'impulsions

Il doit produire en chaque point de l'échantillon une onde thermique sinusoïdale de la forme

$$\theta = \theta_o \, e^{-x\sqrt{\frac{\omega}{2D}}} \sin\left(\omega t - x\sqrt{\frac{\omega}{2D}}\right)$$ cette équation

peut s'écrire

$$\theta = \frac{A}{\alpha\sqrt{2}} \, e^{-\alpha x} \sin\left(\omega t - \alpha x - \frac{3\pi}{4}\right)$$

Le flux calorifique instantanné qui traverse la surface d'attaque de l'échantillon est :

$S K \frac{\partial \theta}{\partial x} = A K S \cos \omega t$ S étant l'aire de la face

d'attaque. Mais le flux ne peut pas prendre de valeurs négatives et il varie de O à 2 A K S, il faut donc l'exprimer sous la forme : $A K S (1 + \cos \omega t)$

Soit I l'intensité du courant traversant la lame métallique de résistance R; on doit avoir :

$$P = RI^2 = A K S (1 + \cos \omega t)$$

Les fréquences utilisées étant très faibles, on obtiendra approximativement une puissance P satisfaisant à l'équation ci-dessus en alimentant la lame sous une tension alternative modulée sinusoïdalement en amplitude, ceci afin de pouvoir l'amplifier pour obtenir une puissance d'attaque suffisante. On a donc le dispositif suivant :

Un générateur très basse fréquence C R C - G B 64 fournit un signal sinusoïdal dont on peut faire varier la fréquence de 0, 005 Hz à 500 Hz. La puissance fournie par ce générateur n'étant que de 3/100 de watt environ, une amplification est nécessaire. Cette amplification nécessite, plusieurs opérations. Une cellule photoélectrique à vide, ensérie avec une résistance de 200 KΩ est polarisée par la tension de sortie du générateur Le flux lumineux tombant sur la cellule est interrompu par un disque à quatre pales entraîné par un moteur synchrone tournant à la vitesse de 1500 tours/mn. On obtient ainsi aux bornes de la résistance de 200 KΩ une tension de fréquence 100 Hz modulée par le signal T. B. F. Pour une tension de sortie du générateur on règle l'éclairement de la cellule de manière à avoir un taux de modulation égal à un. Les deux résistances de 5 KΩ assurent la sortie symétrique du générateur. On est alors ramené à amplifier une fréquence audible.

Dispositif amplificateur

Ce dispositif est à trois étages. Le premier étage est constitué par un amplificateur basse fréquence pouvant amplifier des signaux de fréquences comprises entre 20 Hz et 20 K Hz et pouvant fournir une puissance de 12 watts.

Le signal amplifié attaque après détection le deuxième étage amplificateur constitué d'un transducteur torique T d_1 qui peut fournir une puissance de 180w (6A sous 30V.) en courant alternatif 50 Hz. Pour des mesures ne nécéssitant qu'une attaque thermique de faible puissance on peut relier le circuit d'utilisation de ce premier transducteur, en série avec le secondaire 24 V d'un transformateur 220 V./24V au primaire d'un transformateur 28 V/2 V dont le secondaire assure le chauffage par conduction de la face d'attaque.
L'autotransformateur At_1 permet de régler la puissance disponible à la sortie de ce premier transducteur.

Pour disposer d'une plus grande marge dans le réglage de la puissance nous avons préféré détecter le signal à la sortie du transducteur T d_1 et lui faire commander un second transducteur T d_2 pouvant fournir une puissance de 2 K V A sous 220V. C'est alors ce transducteur qui alimente en série avec le réseau 220V un transformateur 220V/2V dont le secondaire basse tension fournit la puissance d'attaque thermique. Pour permettre enfin un plus grand réglage de cette dernière nous avons chargé le primaire du transformateur 220V/2V par un rhéostat de lampes, à filament de carbone, dont on peut faire varier la résistance. Ce rhéostat de lampes a aussi un autre rôle, en effet pour obtenir une forme d'onde à peu près sinusoïdale nous avons été amenés à attacher une grande importance à l'adaptation des impédances de sortie des transducteurs.

Dispositif de chauffage

Le bloc support de l'échantillon est constitué de deux amenées de courant verticales en nickral dont la section droite a pour dimensions 25 x 70 mm. A leurs extrémités supérieures, elles serrent une cale isolante en magnésie (voir la figure 2). Cette cale a pour but d'éviter une perte de puissance due à l'évacuation vers le bas d'une partie de la puissance dissipée. Les surfaces horizontales supérieures des amenées de courant et de la cale sont rectifiées et portent la lame méttalique assurant le chauffage. Cette lame est en platine de 0, 02 mm d'épaisseur, elle est fixée aux amenées de courant par deux brides en nichral également rectifiées. Elle constitue un radiateur convenable car son inertie thermique est pratiquement nulle. Les extrémités inférieures des amenées de courant sont reliées au secondaire du transformateur 220V / 2V.

Remarque

Un générateur d'impulsions d'un type très différent de celui que nous avons utilisé a été étudié par L, Sicard. Il consistait en un autotransformateur dont le curseur était entrainé par un système bielle - manivelle. Le moteur d'entrainement de la bielle était un moteur à courant continu, ce qui permettait un réglage de la vitesse, donc de la fréquence des variations périodiques de la puissance fournie au ruban de platine.

Le principal inconvénient de ce système était du aux irrégularités de fonctionnement des réducteurs mécaniques à engrenages qu'il était nécessaire d'insérer entre l'axe du moteur et celui de la bielle pour avoir des fréquences très faibles. Ces irrégularités de fonctionnement entrainaient une instabilité de la fréquence de 1,5%. C'est pourquoi ce dispositif a du être abandonné.

2 - Préparation et disposition de l'échantillon

Nous avons utilisé des échantillons parallèlépipédiques droits à base carré ou base rectangle. Chaque échantillon est constitué de deux blocs parallèlépipédiques égaux accolés suivant leur grande face. Le plan de cette face est perpendiculaire à la base qui repose sur le ruban de platine. Les deux faces accolés ainsi que la base sont soigneusement rectifiées. Le plan des deux faces accolées est un plan de symétrie de l'échantillon ainsi réalisé ; il en résulte que si le matériau est homogène, il ne doit y avoir aucun échange de chaleur entre les deux blocs. On peut donc avantageusement disposer les couples thermoélectriques au sein de l'échantillon en traçant, avec une meule diamantée, sur la grande face rectifiée de l'un des blocs, quatre rainures rectilignes parallèles à la base. Les couples soudés bout à bout doivent remplir ces rainures sans jeu, les soudures étant sur l'axe de symétrie de la face rainurée. L'ensemble des deux blocs et des couples est maintenu en place par une pince en nichral.

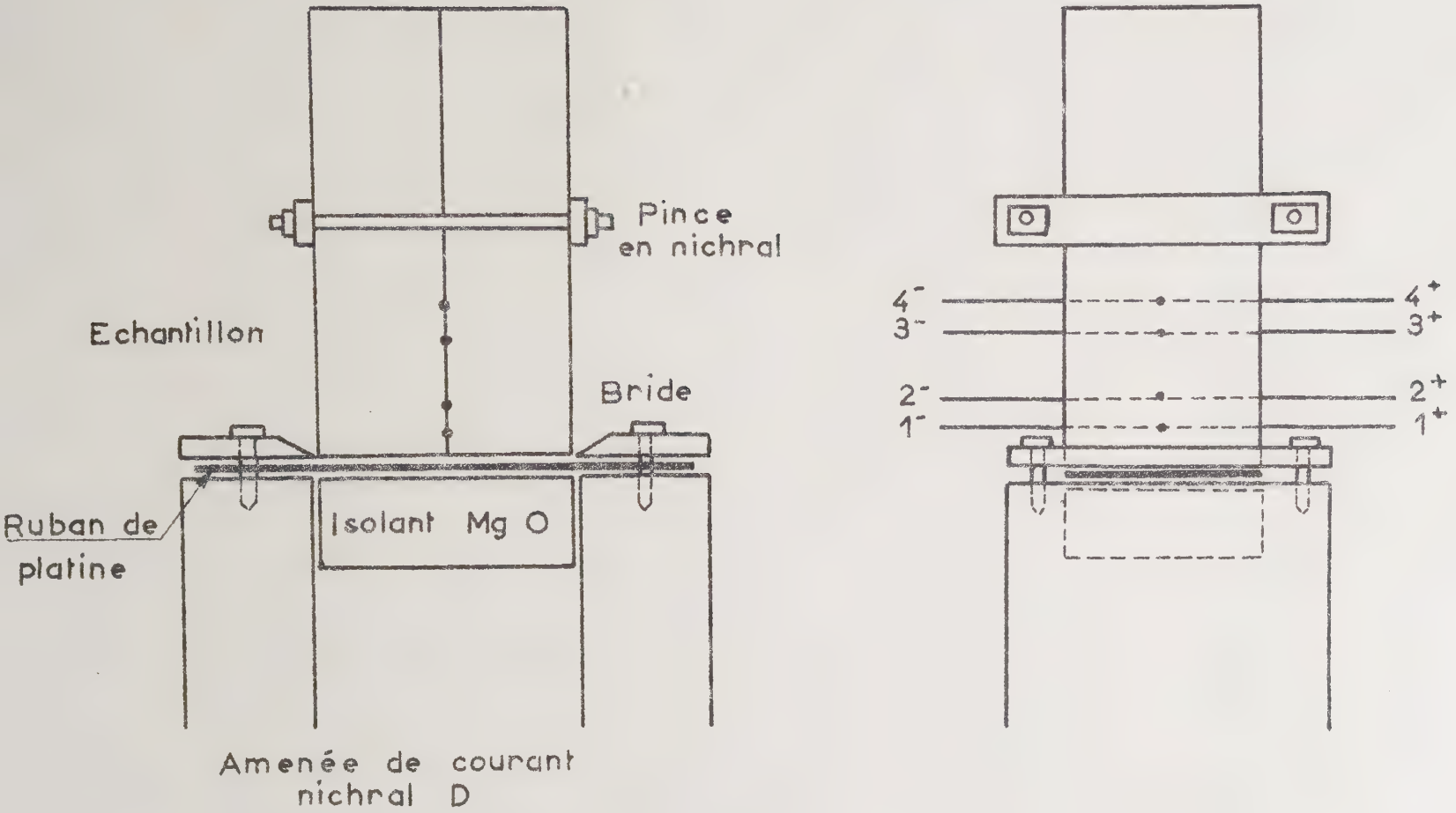

Pince
en nichral
Echantillon
Bride
Ruban de
platine
Isolant Mg O
Amenée de courant
nichral D
4⁻
3⁻
2⁻
1⁻
4⁺
3⁺
2⁺
1⁺

Fig 2

L'échantillon muni de ses couples est alors posé sur le ruban de platine. Il faut régler l'écartement des amenées de courant donc les dimensions de la cale isolante de telle sorte que les brides en nichral soient juste au contact des faces externes de l'échantillon. Celui-ci doit en effet recouvrir toute la partie apparente de la feuille de platine.

Pour évacuer la chaleur à la face supérieure de l'échantillon on dispose sur celui-ci un bloc conducteur. Nous avons utilisé des blocs d'oxyde de bérylium à cause de leur bonne conductibilité thermique. Il faut de plus que le matériau employé supporte les températures auxquelles nous effectuons les mesures, soit 1000 à 1200°C.

3 - Couples thermoélectriques.

Les thermocouples que nous avons utilisés sont en chromel alumel de 0,2 mm de diamètre. Ces couples présentent en effet peu de traces d'oxydation et on peut ainsi obtenir un assez bon contact des fils dans les rainures de l'échantillon. Il faut cependant, pour des températures supérieures à 250°C effectuer les mesures sous atmosphère d'azote pour éviter l'oxydation. Nous avons ménagé à cet effet une tubulure en acier inoxydable entre les deux amenées de courant du support de l'échantillon.

Pour souder les couples bout à bout; il faut que les extrémités à souder présentent une section plane et droite. Il est alors possible d'effectuer une soudure jointive avec une soudeuse par rapprochement. Cet appareil permet d'exercer une pression de forgeage dans l'axe des fils tout en envoyant dans les extrémités à souder un courant qui fournit l'énergie nécessaire à la soudure.

Les couples sont ensuite tendus dans les rainures et on vérifie à la loupe que les soudures sont exactement dans l'axe de symétrie de la face rainurée. Il suffirait théoriquement de deux couples pour faire la mesure mais les variations de température enregistrées étant de l'ordre du degré on ne peut avoir une stabilité suffisante de la température des soudures de référence. Il est donc préférable de loger ces dernières dans l'échantillon. Les deux ensembles de mesure sont alors constitués par les couples 1 et 3, puis 2 et 4. Pour éviter que les soudures de référence 3 et 4 soient soumises aux variations périodiques de température il faut que la distance des couples 2 et 3 soit plus grande que celle des couples 1 et 2. Il est enfin avantageux que cette dernière soit égale, à la distance des couples 3 et 4. On élimine ainsi une éventuelle composante périodique des soudures de référence.

4- Chauffage d'ambiance

L'ensemble de l'échantillon et de son support est placé dans un four cylindrique d'axe vertical ouvert aux deux extrémités. La puissance est de 5 KW. et il permet de faire des mesures jusqu'à une température de 1200°C. On règle la hauteur du support de telle sorte que celui-ci se trouve au milieu du four. Les huit extrémités des couples sortent par l'ouverture supérieure et sont amenées dans une gouttière jusqu'à une boîte à bornes fixée au bord du four. Là, les fils de couples sont relayés par des fils de cuivre dont les extrémités libres sont reliées aux bornes repérées

$$1^+, 1^-, 2^+, 2^-, 3^+, 3^-, 4^+, 4^-,$$

du dispositif de mesure (voir la figure 3). Les jonctions 1^-, 3^- et 2^-, 4^- sont effectuées au niveau de ces bornes. Les deux ensembles de mesure arrivent donc aux bornes 1^+ et 3^+ d'une part et 2^+ et 4^+ d'autre part.

Pour que la température intérieure du four soit homogène et aussi pour éviter les fuites thermiques latérales de l'échantillon on remplit l'espace libre intérieur du four de vermiculite ; on calorifuge également les fils de couple en remplissant de vermiculite la gouttière et la boîte à bornes, ceci afin d'éviter que des forces thermoélectriques prennent naissance au sein même des fils, ceux-ci n'étant pas toujours rigoureusement homogènes.

Le chauffage du four, surtout pour des températures élevées, apporte des perturbations dans les mesures. En effet, l'induction alternative due au courant dans le four engendre dans les fils de couple des forces électromotrices alternatives qui provoquent des vibrations du galvanomètre de mesure. Il a donc fallu effectuer les mesures, le chauffage étant coupé et pendant un palier de température pour éviter d'avoir un trop fort gradient continu. Pour amener le four à la température choisie nous avons utilisé un enregistreur M E C I monté en régulateur de température Tout ou Rien. Celui-ci commande un relais à pouvoir de coupure 2 A en série avec la bobine d'un contacteur mis au primaire de l'autotransformateur A l'arrêt du chauffage, l'inertie thermique permet d'obtenir un palier suffisamment long pour effectuer la mesure.

5 - Dispositif de mesure

La détermination de la variation du coefficient de diffusité

$$D = \frac{\omega (x_2 - x_1)^2}{2 (\mathrm{Log}\,\theta_2 - \mathrm{Log}\,\theta_1)^2} = \frac{\pi (x_2 - x_1)^2}{T (\mathrm{Log}\,\frac{\theta_2}{\theta_1})^2}$$

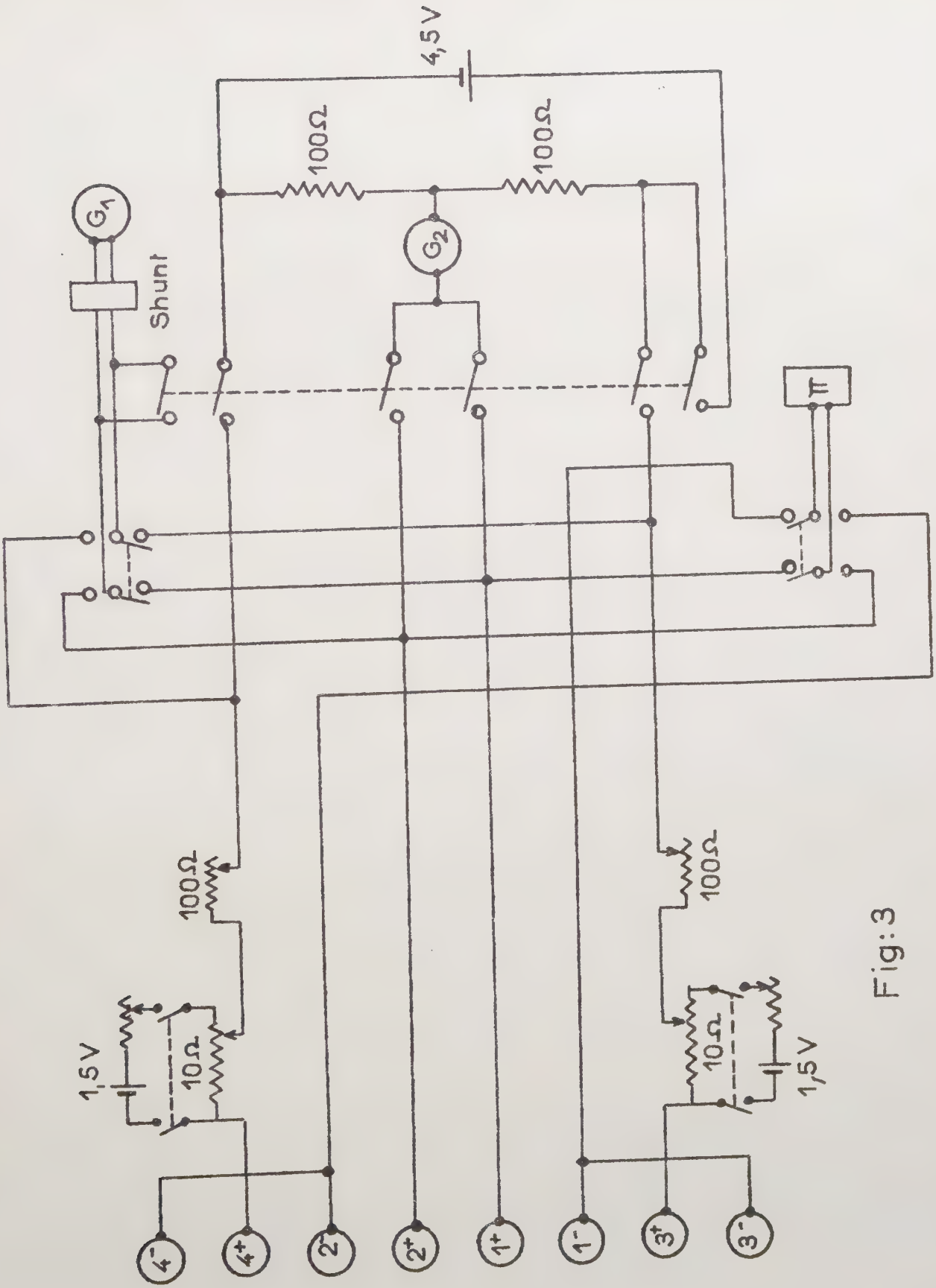

4,5 V
100Ω
100Ω
G1
G2
Shunt
TT
100Ω
100Ω
1,5 V
10Ω
10Ω
1,5 V
4-
4+
2-
2+
1+
1-
3+
3-

Fig: 3

avec la température implique la connaissance de la distance $x_2 - x_1$ de la période T, du rapport d'amplitudes $\frac{\theta_2}{\theta_1}$ et de la température θ à laquelle s'effectue la mesure.

a- Mesure de la distance $x_2 - x_1$

Cette mesure s'opère en même temps que le tracé des rainures En effet le bloc à rainurer est monté sur la table d'une fraiseuse L I P dont la tête porte une fraise diamantée spéciale à profil rectifié. Le déplacement vertical de la table, qui fixe la profondeur des rainures s'effectue avec un volant muni d'un vernier. Il en est de même du déplacement dans l'axe de la meule, qui fixe la distance $x_2 - x_1$ avec une erreur absolue au plus égale à 1/100mm.

b- Mesure de la période T

Nous avons tout d'abord mesuré cette période en commandant la bobine d'un chronoscope par les impulsions de synchronisation délivrées par le générateur très basse fréquence. La reproductibilité des temps obtenus s'étant révélée peu satisfaisante, nous avons vérifié dans les laboratoires des établissements C R C constructeurs du générateur que la stabilité de ce dernier était supérieure à la précision du chronoscope. Cette vérification a été faite à l'aide d'un oscillateur à quartz et d'une échelle de comptage. On peut donc en se reportant aux indications du générateur compter sûrement sur une stabilité de 5/1000, ce qui rend superflue l'utilisation du chronoscope.

c - Mesure du rapport des amplitudes θ_2 / θ_1

Nous utilisons pour cette mesure les couples différentiels 1-3 et 2-4 qui arrivent aux bornes repérées 1^+ 3^+ et 2^+ 4^+. On est donc conduit à observer les variations de deux forces électromotrices d'origine thermoélectrique ; mais nous nous heurtons ici à trois difficultés : tout d'abord la très faible amplitude de variation, puis la rapidité de variation de ces f. e. m. et enfin l'existence d'un gradient continu superposé à l'onde sinusoïdale.
La faible amplitude des oscillations obtenues rend impossible l'emploi d'un enregistreur à potentiomètre automatique, en effet la sensibilité de ces appareils est limitée à 1 mV pour une échelle de 25 cm, de plus ils ont un temps de réponse trop élevé. Nous avons donc été amenés à utiliser un galvanomètre KIPP A 23 de courte période : 0,25 seconde ; mais la sensibilité est alors très faible et pour l'accroître nous avons dû placer le galvanomètre à 10 m de l'appareil d'observation.

Notons enfin que l'on obtient l'amortissement critique pour un circuit extérieur ayant 80 Ω de résistance. La résistance d'un circuit de couples étant à froid d'environ 30 Ω, constitue une partie importante de cette résistance extérieure. Pour ne pas introduire d'erreur sur la mesure du rapport des amplitudes il faut donc que les résistances de ces circuits de couples soient égales. On vérifie cette égalité à l'aide du galvanomètre G_2 d'un pont de Wheatstone dont deux branches sont constituées par les circuits de couples, les deux autres par deux résistances fixes étalons de 100 Ω. On règle le zéro du galvanomètre G_2 en agissant sur les résistances variables de 100 Ω (voir la figure 3). La résistance des couples pouvant varier de façon inégale avec la température, on répète cet équilibrage pour chaque température à laquelle on veut effectuer une mesure.

Le galvanomètre de mesure G_1 étant très éloigné de l'appareil d'observation doit être éclairé par une source puissante. On utilise à cet effet une lampe à très haute pression, à vapeur de mercure, OSRAM. Cette lampe équipée d'une alimentation (continu 50 V) spéciale absorbe une puissance électrique de 100Watts Cette puissance est très faible par rapport au flux lumineux qui est supérieur à 1000 lumens. Le rendement lumineux est donc très élevé.

Les oscillations du galvanomètre G_1 sont enregistrées par un suiveur de spot. Celui-ci est essentiellement constitué de deux cellules différentielles portées par un chariot dont le déplacement linéaire est commandé par servo-moteur. Le courant amplifié des cellules produit le champ de ce servomoteur. L'enregistrement des oscillations a plusieurs avantages : il permet d'étudier la forme de l'onde sinusoïdale et d'éliminer autant que possible les harmoniques. Il permet aussi de vérifier que la composante continue superposée, qui se traduit par une dérive des oscillations est supprimée. A cet effet, on utilise une pile de 1,5 V et un potentiomètre (voir la figure 3) ; on oppose ainsi à la force électromotrice parasite un courant de compensation que l'on peut régler en agissant sur une résistance mise en série avec la pile. Cette compensation s'avère surtout nécessaire pour des échantillons bons isolants thermiques.

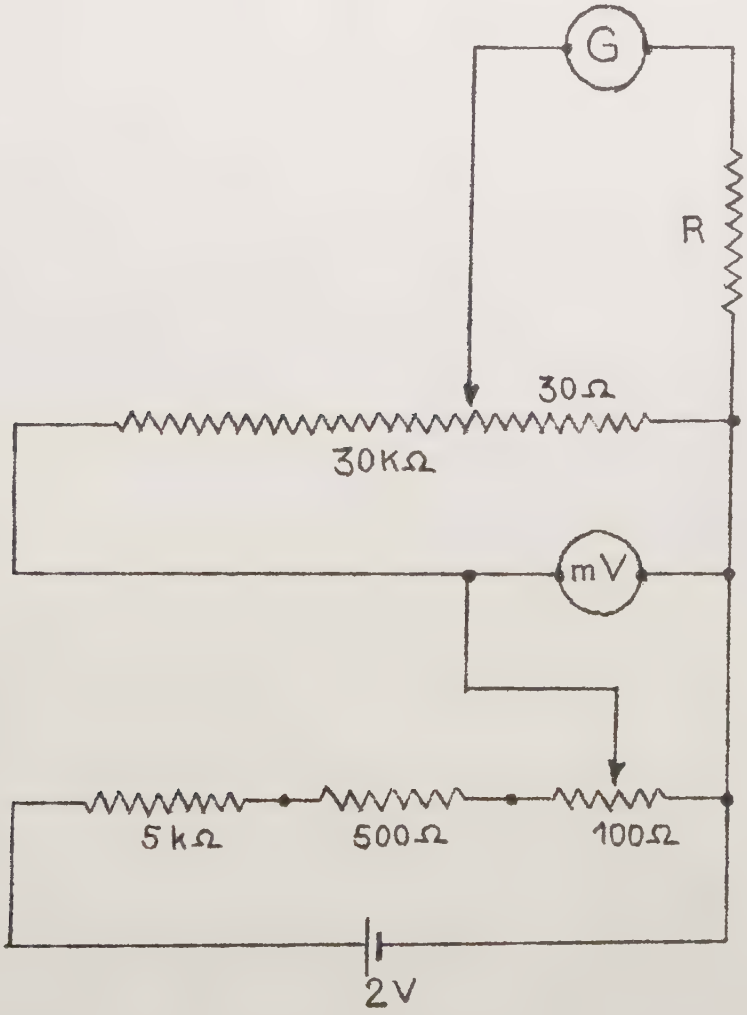
Etalonnage du galvanomètre KIPP A 23

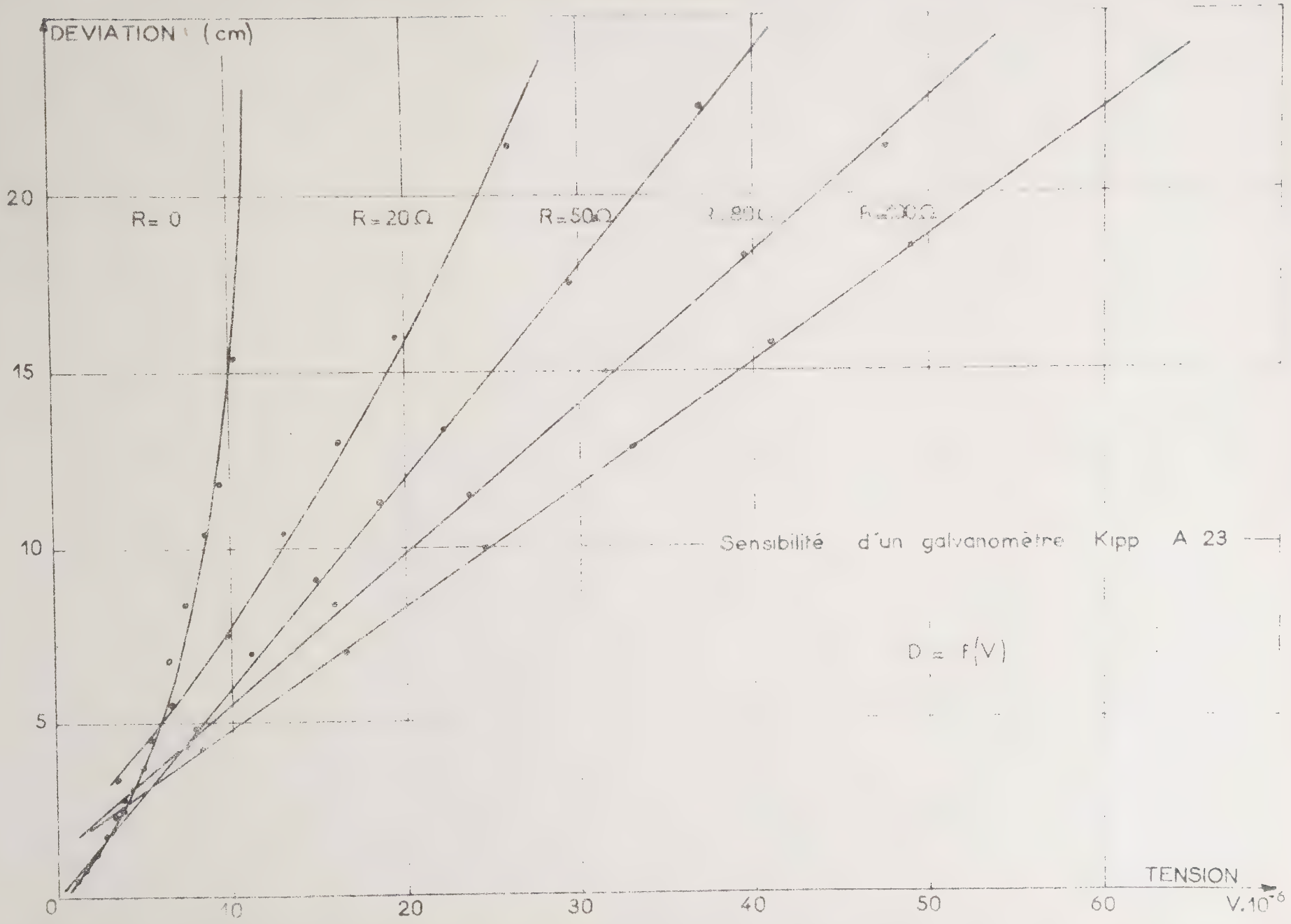
Les mesures effectuées avec ce galvanomètre ayant pour but de déterminer un rapport :

$$\frac{\theta 1}{\theta 2}$$

il n'est pas indispensable de connaître la valeur absolue de la force électromotrice mesurée. Cependant cet étalonnage s'est avéré nécessaire pour déterminer l'erreur commise en négligeant le second terme de l'équation de Fourier.

Nous avons donc réalisé le montage suivant en opérant dans les mêmes conditions que pour la mesure du coefficient de diffusivité, c'est-à-dire en laissant le galvanomètre à 10m du suiveur. Le circuit du galvanomètre est fermé sur une résistance de 30Ω équivalente à celle d'un circuit de couples, en série avec une résistance R à laquelle on attribuera différentes valeurs. Les résistances constituant l'ensemble de 30 KΩ et R sont des boîtes étalons.




DEVIATION (cm)
20
15
10
5
0
R= 0
R = 20 Ω
R = 50 Ω
10
20
30
40
50
60
TENSION
V.10⁻⁶
Sensibilité d'un galvanomètre Kipp A 23
D = f(V)

La forte résistance de 20 KΩpermet d'avoir un courant constant dans le circuit de la pile, elle permet de plus d'avoir un rapport égal à 1000 entre la tension mesurée avec le millivoltmètre et la force électromotrice aux bornes du circuit du galvanomètre. On peut ainsi établir la correspondance entre cette f. e. m et la déviation.

Lors des mesures du coefficient D, on pourra donc en se référant aux courbes obtenues et connaissant la résistance R, exprimer la déviation en microvolts et en déduire la variation de température en degrés, au sein de l'échantillon, au niveau du couple considéré.

d - Mesure de la température d'ambiance

Cette température est celle de l'échantillon au moment de la mesure. On la définira comme étant la moyenne des deux températures mesurées respectivement avec les deux premiers couples au moyen d'un pyromètre potentiomètre MECI. Chaque mesure s'effectuant ici avec un seul couple, il convient de faire la correction de soudure froide. Celle-ci est située dans la boîte à bornes fixée au bord du four, là où les fils de couple sont relayés par des fils de cuivre. Un thermomètre plongé dans la vermiculite au niveau de ces connexions nous donne avec une précision suffisante la température de la soudure froide, nécessaire pour la correction.

C H A P I T R E II

RESULTATS

A/ Mesures effectuées sur des oxydes purs

Toutes les mesures que nous avons effectuées l'ont été avec le dispositif précédemment décrit, sur des échantillons frittés. Pour chaque échantillon il faut choisir la fréquence de l'attaque thermique. Pour cela on fait une mesure avec une fréquence fixée arbitrairement. Le rapport des amplitudes θ_2/θ_1 des variations enregistrées permet alors de déterminer le rapport : $\frac{x_2 - x_1}{\lambda}$

la longueur d'onde devant remplir les conditions :

$$2\pi x_1 < \lambda < 2\pi x_2$$

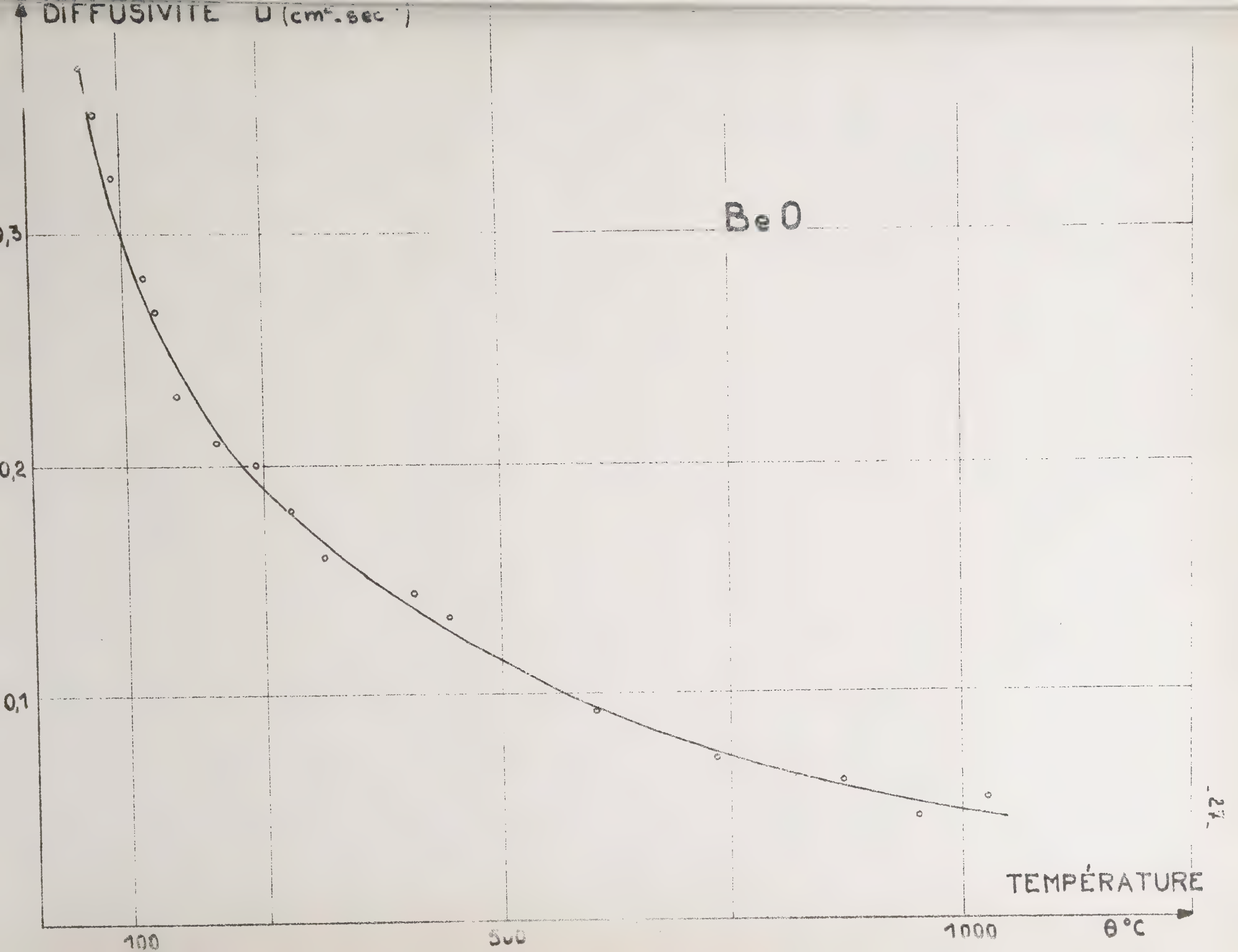
Nous avons déterminé les courbes de variation du coefficient de diffusivité D en fonction de la température pour divers oxydes de type MO, MO_2 et M_2O_3. Nous avons ensuite tracé ces courbes pour 6 échantillons d'alumine de porosités différentes et deux échantillons de zircone également de porosités différentes. Enfin, nous avons comparé la courbe de diffusivité d'un échantillon massif d'alumine et celle d'un échantillon de même composition mais formé de deux blocs en contact sur une surface plane perpendiculaire à la direction de propagation de l'onde thermique.

1. Oxydes de type MO

Les deux oxydes de type MO que nous avons étudiés sont un peu particuliers : En effet, l'oxyde de bérylium BeO se distingue, par une diffusivité relativement élevée, des isolants faisantl'objet de ces mesures, bien que par ailleurs ce soit un très bon isolant électrique. Quant à la magnésie Mgo nous disposions d'un monocristal.

a) Oxyde de bérylium : BeO

La structurede l'oxyde de bérylium est du type de la zincite ZnO donc hexagonale. L'échantillon nous a été fourni par le commissariat à l'énergie atomique. Sa densité apparente est : 2,95 g/cm^3 et ses dimensions : 40x40x80 mm. Nous avons placé les couples aux distances 2, 6, 26 et 30mm à partir de la face d'attaque.
L'oxyde de bérylium étant assez bon conducteur thermique, il a fallu fournir une puissance électrique relativement élevée au ruban de platine : 200 à 300 watts avec une période faible T= 2 secondes.


DIFFUSIVITÉ D (cm².sec⁻¹)
BeO
0,3
0,2
0,1
100
500
1000
θ °C
TEMPÉRATURE

Le coefficient de diffusivité est alors obtenu à l'aide de la relation numérique :

$$D = \frac{0,047427}{(\log \theta_1/\theta_2)^2} \quad cm^2/sec$$

et nous avons tracé sa courbe de variation en fonction de la température de 50ºC à 1050ºC

b - Monocristal de magnésie : MgO

Le cristal de MgO est du même type que celui de Na cl, soit cubique à faces centrées. Le monocristal étudié a pour dimensions 25x15x20mm. Nous l'avons taillé suivant un plan de clivage en deux blocs égaux et rectifié la face d'attaque perpendiculaire à ce plan. Nous avons placé les couples aux distances 2,5, 15 et 18mm à partir de la face d'attaque.
La magnésie étant bon isolant thermique, il a suffi d'une puissance faible : 75 watts avec une période de 5 secondes. La formule numérique donnant le coefficient de diffusivité est alors:

$$D = \frac{0,010671}{(\log \frac{\theta_1}{\theta_2})^2} \quad cm^2/sec$$

et nous avons tracé la courbe de variation de 60ºC à 1050ºC.

2. Oxydes de type MO_2

Nous avons étudié successivement la Thorine ThO_2, la zircone ZrO_2 et la silice SiO_2;

a) Thorine ThO_2

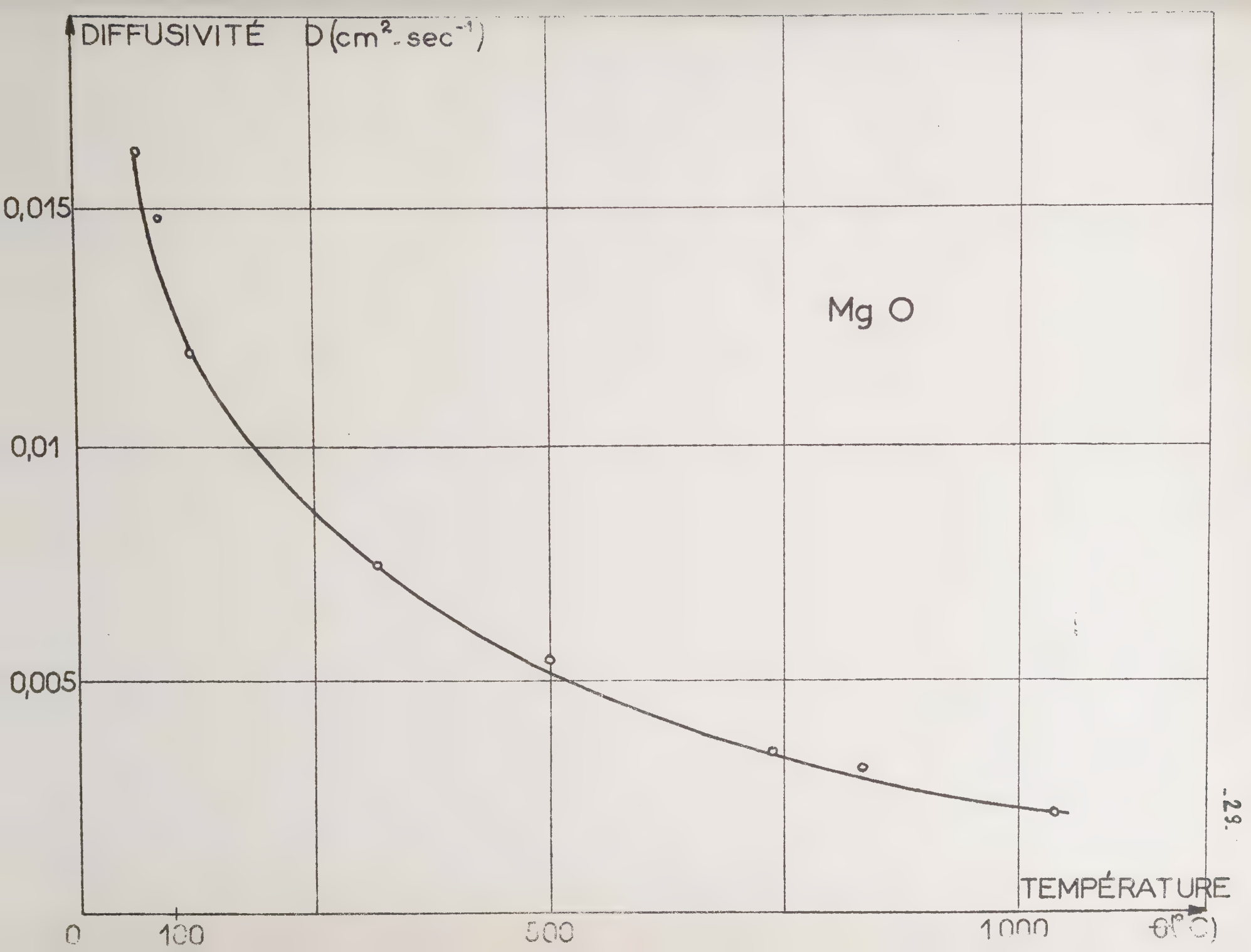
La thorine cristallise dans le même système que la fluorine CaF_2 soit cubique à faces centrées. L'échantillon étudié nous a été fourni par les établissements Desmarquest, il répond aux caractéristiques suivantes :

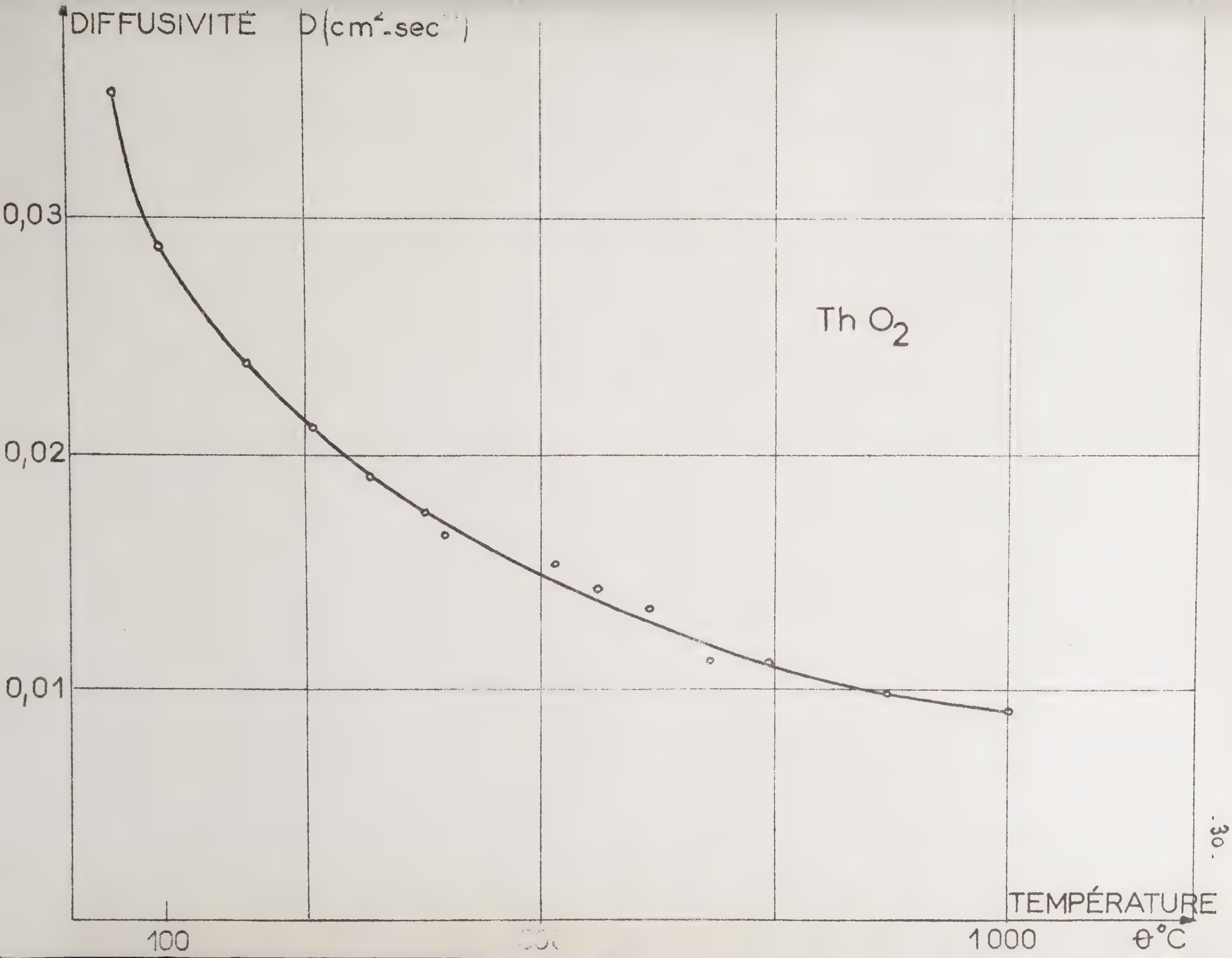
ThO_2 : 99,95%
CaO : 0,01
MgO : 0,01
P_2O_5 : 0,005

dimensions : 20x20x40 mm, densité apparente : d= 9;5 g/cm^3

Nous avons tracé les rainures aux distances : 2, 5, 15 et 18mm de la face d'attaque.
La puissance dissipée était environ de 50 Watts et la période de 10 secondes d'où la formule numérique :

$$D = \frac{0,005335}{(\log \frac{\theta_1}{\theta_2})^2} \quad cm^2/sec$$


DIFFUSIVITÉ D (cm² . sec⁻¹)
0,015
0,01
0,005
Mg O
TEMPÉRATURE
0
100
500
1000
θ (°C)


DIFFUSIVITÉ D(cm²-sec⁻¹)
0,03
0,02
0,01
Th O2
TEMPÉRATURE
100
1000
θ°C

Nous avons tracé la courbe de variation de 50ºC à 1000ºC

b - Zircone : ZrO_2

La structure de la zircone est obtenue par une distorsion du réseau de type fluorine. Nous avons effectué les mesures sur un échantillon de Degussit ZR 23 contenant environ 95% de ZrO_2, étanche et dont les caractéristiques sont les suivantes :
densité apparente : $d = 5,4\ g/cm^3$
dimensions : 30 x 40 x 40mm

Les couples ont été placés à : 2, 6, 21 et 25mm de la face d'attaque. La puissance fournie au ruban de platine était de 40 watts et la période de 20 secondes d'où :

$$D = \frac{0,0047427}{\left(\log \frac{\theta_2}{\theta_1}\right)^2}\ cm^2/\ sec$$

Nous avons déterminé la courbe de variation de D de 75ºC à 1000ºC. Les résultats sont ceux de la courbe 1.

c - Silice : SiO_2

Nous avons effectué les mesures sur un échantillon constitué de deux blocs de silice fondue transparente, chaque bloc ayant pour dimensions 20 x 40 x 50 mm ; La densité apparente est $d=2,19\ g/cm^3$. Les couples ont été logés à 2, 6, 21 et 25 mm de la face d'attaque. Nous avons opéré avec une puissance de 20watts environ et une période de 25 secondes. Le coefficient de diffusivité D est alors donné par la formule :

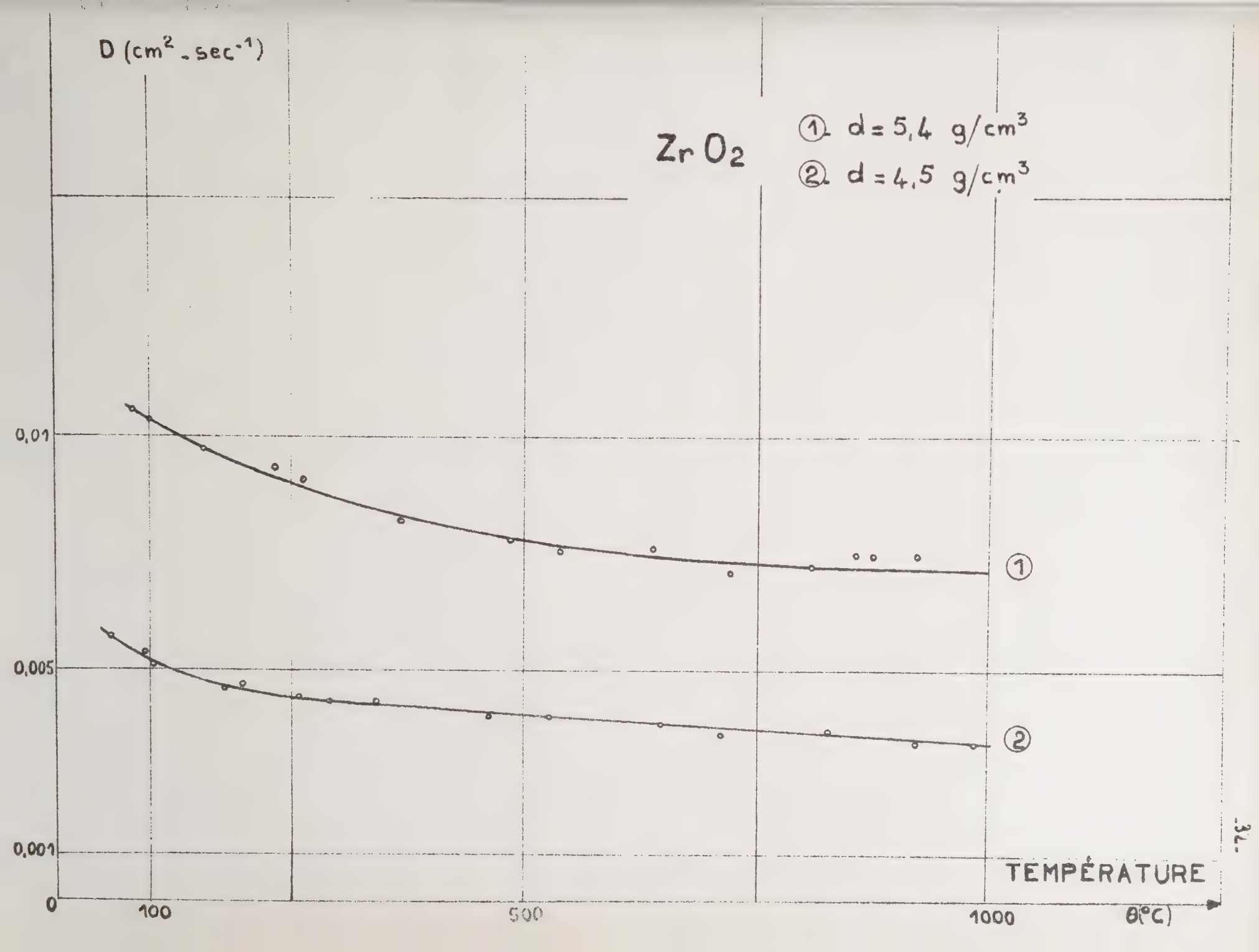
$$D = \frac{0,0037943}{\left(\log \frac{\theta_1}{\theta_2}\right)^2}\ cm^2\ /\ sec$$

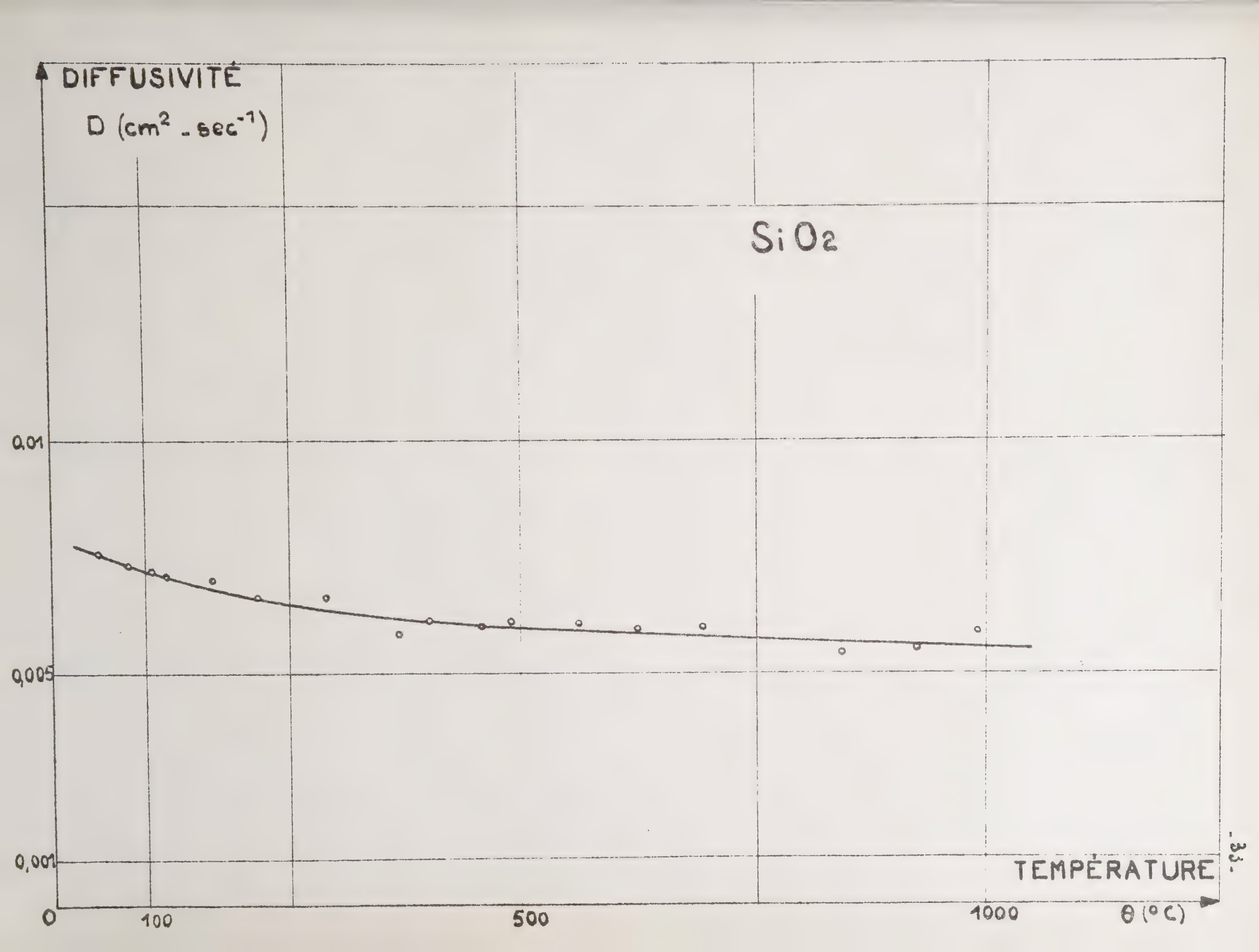
Nous avons effectué des mesures de 50ºC à 1000ºC.

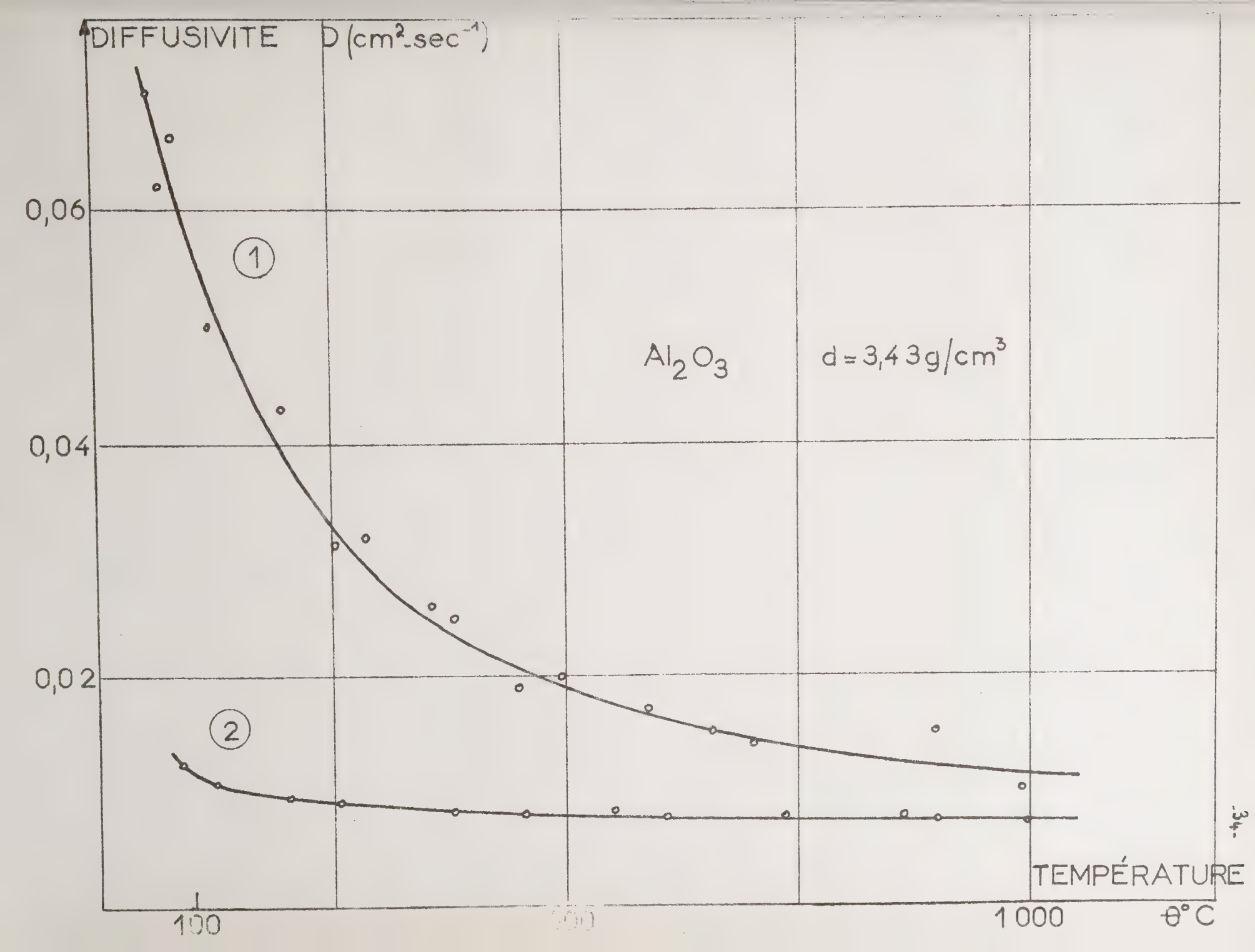
3. Oxyde de type M_2O_3

Nous avons étudié un seul oxyde de ce type : Al_2O_3. Les mesures ont été effectuées sur un échantillon de Degussit Al 23 contenant plus de 99,5% d'Al_2O_3. Sa densité apparente est $d=3,43 g/cm^3$ et ses dimensions 40 x 40 x 50mm. Nous avons placé les couples aux distances 2, 6, 21 et 25mm de la face d'attaque. La puissance dissipée était de 25 watts et la période de 20 secondes d'où la formule numérique :

$$D = \frac{0,0047427}{\left(\log \frac{\theta_1}{\theta_2}\right)^2}\ cm^2/sec$$


D (cm² . sec⁻¹)
ZrO₂
① d = 5,4 g/cm³
② d = 4,5 g/cm³
0,01
0,005
0,001
0
100
500
1000
θ(°C)
TEMPÉRATURE
①
②


DIFFUSIVITÉ
D (cm² . sec⁻¹)
Si O2
0,01
0,005
0,001
0
100
500
1000
TEMPÉRATURE
θ (°C)


DIFFUSIVITE D (cm²_sec⁻¹)
0,06
0,04
0,02
①
②
Al2O3
d = 3,43 g/cm³
100
1 000
θ° C
TEMPÉRATURE

Nous avons tracé la courbe de variation de D de 50ºC à 1100ºC. Les résultats sont consignés sur la courbe 1

B; Mesures effectuées sur des échantillons d'un même oxyde, de porosités différentes.

Dans un matériau poreux, la chaleur se propage par le squelette et par les pores ; de plus, à l'intérieur des pores, la transmission de la chaleur peut se faire non seulement par conduction mais par convexion et rayonnement.

Nous avons donc effectué des mesures de 50ºC à 1000ºC, sur six échantillons d'alumine et de silico-alumineux riches en alumine, ayant des porosités différentes. Pour toutes ces mesures les couples ont été placés aux distances : 2, 6, 21 et 25mm de la face d'attaque. Les deux premiers échantillons nous ont été fournis par les Etablissements Gilbert et les quatre autres par le Commissariat à l'Energie Atomique.

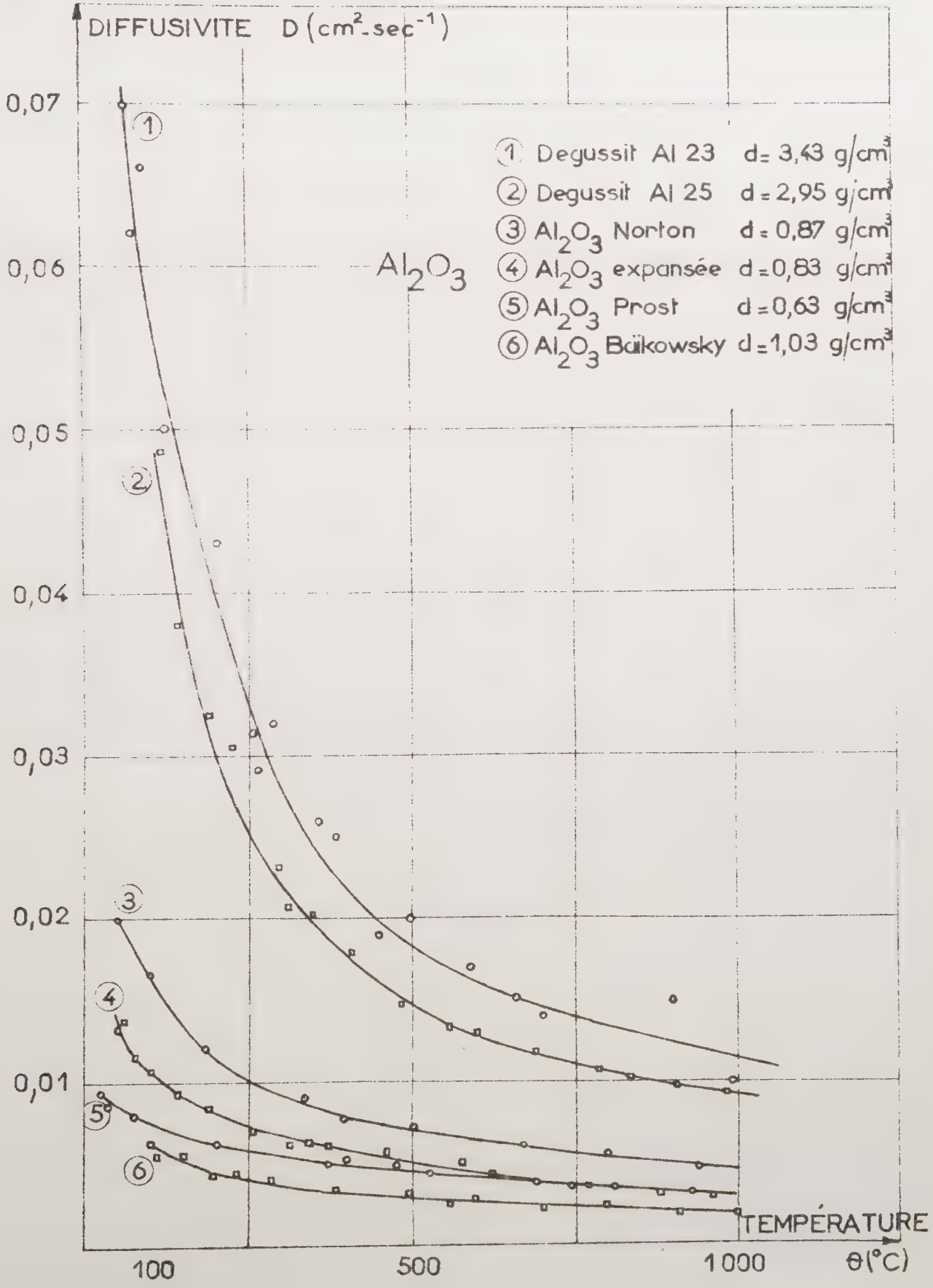
- Echantillon n°1 : Degussit Al 23 de densité apparente d=3,43g/cm^3
Nous avons déjà donné les indications concernant cette mesure.

- Echantillon n°2 : Degussit Al 25 de densité apparente d=2,95g/cm^3
et de de dimensions : 40 x 40 x 45mm
puissance d'attaque thermique : 50 watts
Période : 10 secondes d'où $D = \dfrac{0,0094855}{(\log \frac{\theta_1}{\theta_2})^2}$ cm^2/sec

- Echantillon n°3 : Al_2O_3 Norton RA.4002 à 97,5% d'Al_2O_3, de densité apparente d=0,87 g/cm^3 et de dimensions 40 x 40 x 40 mm.
Puissance d'attaque thermique : 10 watts
Période : 25 secondes d'où :
$$D = \frac{0,0037943}{(\log \theta_1/\theta_2)^2} \text{ cm}^2/\text{ sec}$$

- Echantillon n°4 : Alumine expansée Desmarquest de densité apparente d= 0,83 g/cm^3 et de dimensions : 40 x 40 x 40mm
Puissance d'attaque thermique : 15 watts
Période : 20 secondes d'où
$$D = \frac{0,0047427}{(\log \frac{\theta_1}{\theta_2})^2} \text{ cm}^2/\text{ sec}$$

- Echantillon n°5 : Al_2O_3 Prost à 98% d'Al_2O_3, de densité apparente d= 0,63 g/cm^3 et de dimensions 40 x 40 x 40 mm
Puissance d'attaque thermique 10 watts
Période : 25 secondes d'où :
$$D = \frac{0,0037943}{(\log \frac{\theta_1}{\theta_2})^2} \text{ cm}^2/\text{ sec}$$


DIFFUSIVITE D (cm².sec⁻¹)
0,07
0,06
0,05
0,04
0,03
0,02
0,01
Al2O3
① Degussit Al 23 d = 3,43 g/cm³
② Degussit Al 25 d = 2,95 g/cm³
③ Al2O3 Norton d = 0,87 g/cm³
④ Al2O3 expansée d = 0,83 g/cm³
⑤ Al2O3 Prost d = 0,63 g/cm³
⑥ Al2O3 Bäkowsky d = 1,03 g/cm³
TEMPÉRATURE
100
500
1000
θ(°C)

- Echantillon n°6 : $_3Al_2O_3$ CSF ultra pure (Baïkowsky) de densité apparente 1,03 g/cm^3 et de dimensions 40 x 40 x 40mm
Puissance d'attaque thermique : 15 watts
Période : 40 secondes d'où $D = \frac{0,0023714}{(\log \frac{\theta_1}{\theta_2})^2}$ cm^2/sec

Nous verrons au chapitre suivant les conclusions que l'on peut tirer de ces mesures.

Nous avons également effectué des mesures sur deux échantillons de zircone de porosités différentes : la Degussit Z R 23 dont nous avons déjà relaté la mesure et la Degussit Z R 25 de densité apparente d= 4,5 g/cm et de dimensions : 30 x 40 x 50mm. Pour ce dernier échantillon, nous avons placé les couples à 2, 6, 21 et 25mm de la face d'attaque. La puissance fournie au ruban de platine était de 10 watts et la période de 25 secondes. Nous avons donc obtenu le coefficient D par la formule numérique

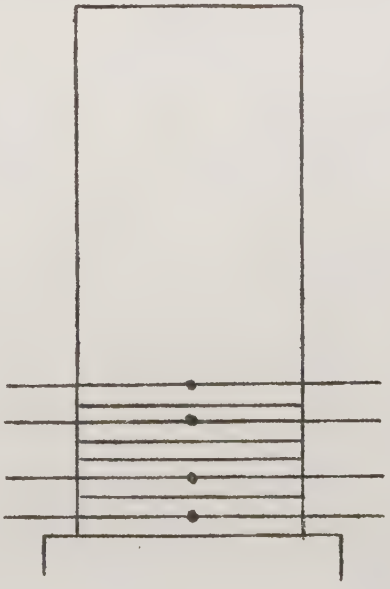
$$D = \frac{0,0037943}{(\log \frac{\theta_1}{\theta_2})^2} \text{ cm}^2/\text{sec}$$

Les résultats sont consignés sur les courbes 1 et 2 de la page 32

C. Coefficient de diffusivité thermique d'un matériau constitué de deux blocs en contact sur une surface plane

Cette expérience a pour but d'étudier l'influence, sur la propagation d'une onde thermique dans un matériau, due à la présence de deux surfaces planes perpendiculaires à la direction de propagation de l'onde.

Nous avons fait cette expérience en utilisant comme matériau la Degussit Al 23. Nous avons donc réalisé un échantillon, avec des plaquettes soigneusement rectifiées de dimensions 40 x 40 x 3mm en ménageant entre les deux premiers couples de mesure un contact de deux plaquettes.



Les couples étaient donc placés aux distances 3, 9, 18 et 24mm de la face d'attaque. La puissance fournie au ruban de platine était de 20 watts et la période de 25 secondes d'où :

$$D = \frac{0{,}00853}{\left(\log \frac{\theta_1}{\theta_2}\right)^2} \text{ cm}^2/\text{sec}$$

Sur les plaques, un bloc de Degussit Al 23 puis un bloc d'oxyde de bérylium et enfin des blocs d'aluminium à l'extérieur du four, exerçaient sur la surface de contact une pression de 140 g/cm^2

Les résultats obtenus sont consignés sur la courbe 2 de la page 34 , sur le même graphique que la courbe 1 correspondant à un échantillon de Degussit Al 23 sans contact de deux surfaces. Rappelons que la Degussit Al 23 est étanche, contient plus de 99,5% d'Al_2O_3 et a pour densité apparente d = 3,43 g/cm^3.

CHAPITRE III

PRECISION ET INTERPRETATION DES RESULTATS

1- Précision des mesures

Nous allons tout d'abord déterminer l'erreur commise sur la mesure du coefficient de diffusivité D lorsque l'on suppose constant le coefficient de conductivité K c'est-à-dire lorsque l'on se ramène à l'équation de Fourier simplifiée

$$\frac{\partial \theta}{\partial t} = D \operatorname{div} \overrightarrow{\operatorname{grad} \theta}$$

Nous étudierons ensuite l'erreur commise sur la mesure en négligeant le second terme de l'équation de Fourier.

a) L'équation simplifiée de Fourier nous a conduit à la relation

$$D = \frac{\omega (x_2 - x_1)^2}{2 (\operatorname{Log}\theta_2 - \operatorname{Log}\theta_1)^2}$$

ou

$$D = \frac{\pi (x_2 - x_1)^2}{T (\operatorname{Log}\theta_2 - \operatorname{Log}\theta_1)^2}$$

Différentions cette équation :

$$\frac{dD}{D} = 2 \frac{d(x_2 - x_1)}{x_2 - x_1} - \frac{dT}{T} - \left(\frac{d\theta_2}{\theta_2} - \frac{d\theta_1}{\theta_1}\right) \frac{2}{\operatorname{Log}\theta_2 - \operatorname{Log}\theta_1}$$

d'où l'erreur relative :

$$\frac{\Delta D}{D} = 2 \frac{\Delta(x_2 - x_1)}{x_2 - x_1} + \frac{\Delta T}{T} + \left(\frac{\Delta \theta_2}{\theta_2} + \frac{\Delta \theta_1}{\theta_1}\right) \frac{2}{\operatorname{Log}\theta_2 - \operatorname{Log}\theta_1}$$

Nous avons vu que le tracé des rainures pouvait s'effectuer sans excéder une erreur absolue de 0,01mm. Nous avons vu également que la stabilité du générateur entraînait sur la mesure de la période une erreur absolue au plus égale à 0,01 secondes. On peut d'autre part estimer que l'erreur relative commise sur la mesure des déviations enregistrées varie de 0,25% à 2,5% suivant l'amplitude de la déviation mesurée. Cette erreur est due à la dérive des oscillations qui, bien que compensée, n'est jamais totalement supprimée. C'est donc le manque de précision dans la mesure des amplitudes qui constitue la contribution la plus importante à l'erreur commise sur D.

Or cette erreur se retrouve quel que soit l'échantillon, il en est de même de l'erreur sur la détermination de la période. Seule varie l'erreur relative $\frac{\Delta(x_2 - x_1)}{x_2 - x_1}$ suivant la distance des couples : $x_2 - x_1 = 3mm$ ou $x_2 - x_1 = 4mm$
Cette variation est d'ailleurs très faible.

On peut donc, pour tous les échantillons, évaluer la précision de la mesure du coefficient de diffusivité D, à une valeur comprise entre 3% et 10%.

b - Erreur due à la variation du coefficient de conductivité thermique K avec la température :

Il résulte du calcul que nous avons rapporté au paragraphe 2 du chapitre I de la lère partie que l'erreur due à la variation du coefficient de conductivité K peut avoir deux causes différentes.

- Si le gradient de température permanent Q est négligeable, seule intervient l'amplitude relative de l'harmonique 2 par rapport au fondamental : $\frac{\alpha \theta_1}{4}$ avec $\alpha = \frac{1}{Ko} \frac{dK}{d\theta}$

- Si le gradient de température permanent Q n'est pas négligeable on peut avoir une erreur due au rapport des amplitudes du fondamental aux deux points d'abcisses x_1 et x_2:

$$e^{\mu(x_2 - x_1)} \frac{1+\alpha Q\, x_1}{1+\alpha Q\, x_2}$$

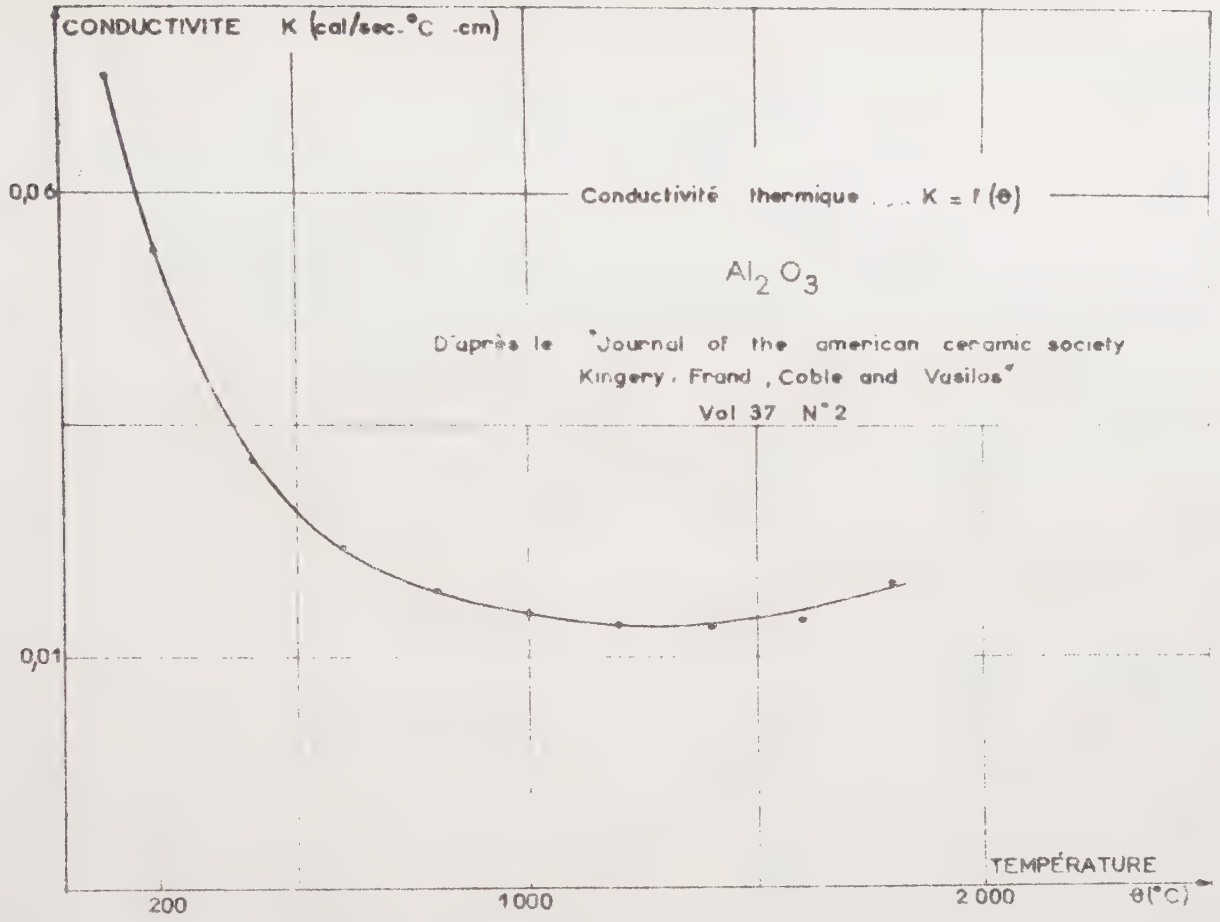
Pour toutes les mesures que nous avons effectuées nous avons $\alpha Q \ll 1$, on peut donc écrire l'expression ci-dessus :

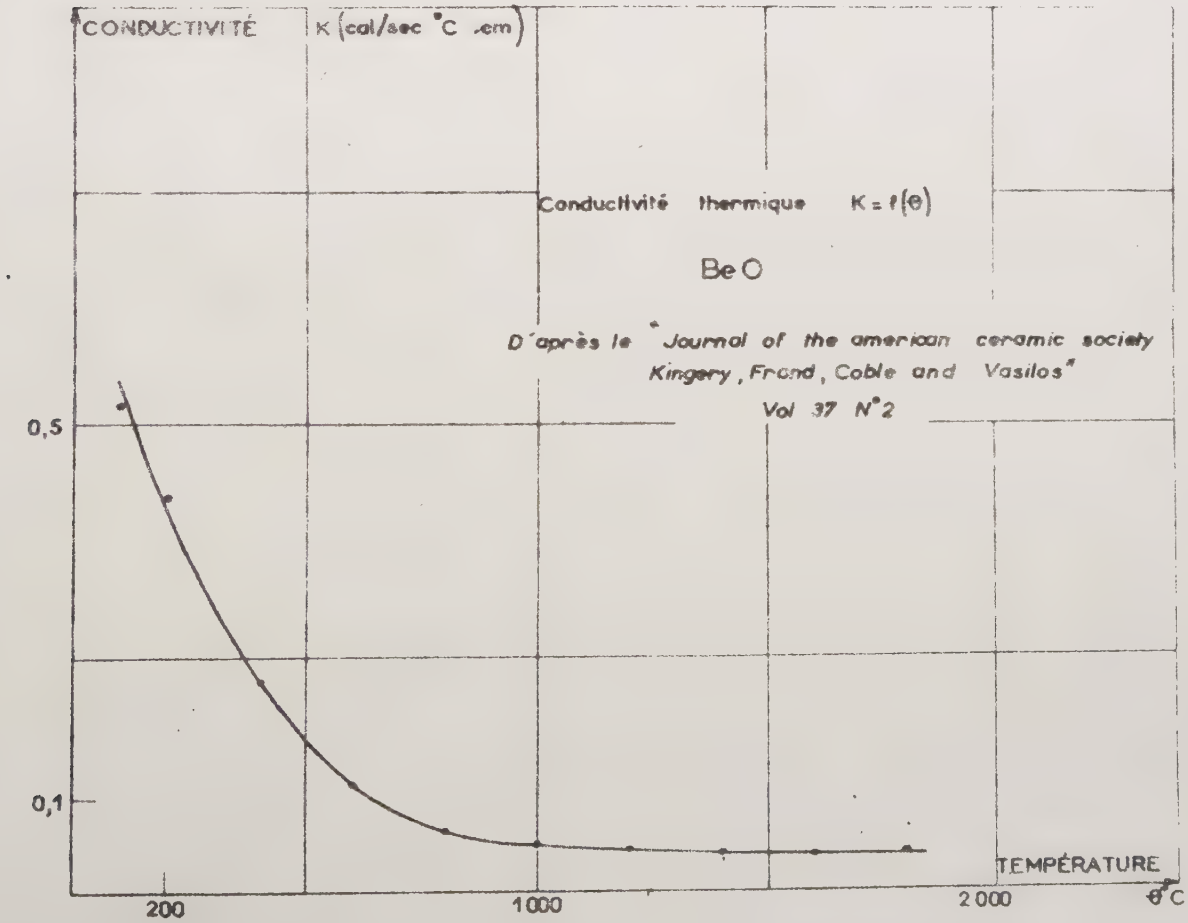
$$e^{\mu(x_2 - x_1)} \left[1+\alpha Q(x_1 - x_2)\right]$$

qui montre que le coefficient de diffusivité D est alors entaché d'une erreur par défaut : $\alpha Q(x_1 - x_2)$.

Nous avons évalué ces erreurs pour deux échantillons très différents : l'oxyde de bérylium pour lequel le gradient permanent Q est très faible et l'alumine Degussit Al 23 au sein de laquelle le gradient Q est relativement élevé.

Les valeurs de Ko et de $\frac{dK}{d\theta}$ nécessaires pour connaître α ont été déterminées à partir des courbes $K=f(\theta)$ que nous avons tracées d'après les données du "Journal of the american ceramic society Kingery, Frand , Coble and Vasilos" vol 37 - n°2.


CONDUCTIVITE K (cal/sec.°C .cm)
0,06
0,01
Conductivité thermique . . . K = f (θ)
Al2 O3
D'après le "Journal of the american ceramic society
Kingery, Frand, Coble and Vasilos"
Vol 37 N°2
TEMPÉRATURE
200
1000
2 000
θ(°C)


CONDUCTIVITÉ K (cal/sec °C .cm)
0,5
0,1
Conductivité thermique K = f(θ)
Be O
D'après le "Journal of the american ceramic society
Kingery, Frand, Coble and Vasilos"
Vol 37 N°2
TEMPÉRATURE
200
1000
2 000
θ°C

Pour obtenir l'amplitude θ_1 de l'attaque thermique sinusoïdale il suffit de connaître la déviation enregistrée; ensuite en se référant à l'étalonnage du galvanomètre KIPP et connaissant la résistance de son circuit extérieur nous pouvons traduire la déviation en microvolts puis en degrés centigrades.
Quant au gradient permanent Q, il résulte des mesures de température effectuées avec le premier couple d'abcisse x_1, puis avec le second d'abcisse x_2;

Ces mesures sont effectuées au pyromètre et nous avons vu que la moyenne des deux températures obtenues déterminait la température d'ambiance.

Oxyde de bérylium

Rappelons que pour l'oxyde de bérylium nous avions $x_1 = 0,2$cm et $x_2 = 0,6$ cm. Nous avons donc déterminé $\frac{\alpha\theta_1}{4}$ et $\alpha Q(x_1-x_2)$ pour des températures croissantes de 100ºC à 1000ºC.
Les résultats obtenus sont consignés dans le tableau ci-après.

θ_o	K_o	$\frac{dK}{d\theta}$	α	θ_1	$\frac{\alpha\theta_1}{4}$	Q	$\alpha Q(x_1-x_2)$	Erreur
108ºC	0,55	-7/5000	7/2750	0,5ºC	7/22000	0		Négligeable
210ºC	0,4	-7/5000	7/2000	0,5ºC	7/16000	0		"
309ºC	0,3	-1/1000	1/300	0,5ºC	1/2400	0		"
403ºC	0,22	-1/1000	1/220	0,5ºC	1/1760	0		"
606ºC	0,11	-7/3000	1,330	0,5ºC	1/2640	0		"
734ºC	0,075	-1/30000	1/320	0,5ºC	4/10000	-6º/cm	-7/1000	0,7%
776ºC	0,07	-1/6000	1/420	0,5ºC	3/10000	-9º/cm	-8/1000	0,8%
874ºC	0,055	-1/10000	1/550	0,5ºC	2/10000	-11º/cm	-8/1000	0,8%
956ºC	0,05	-1/15000	1,750	0,5ºC	1,7/10000	-12º/cm	-7/1000	0,7%
1032ºC	0,05	-1/20000	1/1000	0,5ºC	1,8000	-12,5º/cm	-5/1000	0,5%

A basse température c'est-à-dire jusqu'à environ 500ºC l'oxyde de bérylium est assez bon conducteur et le gradient Q est négligeable. Il n'y a donc pas d'erreur due au rapport des amplitudes du fondamental aux deux points d'abcisses x_1 et x_2;

Quant à l'amplitude de l'harmonique 2 : $\frac{\alpha \theta_1^2}{4}$ elle est négligeable.
A des températures plus élevées, BeO devient moins conducteur et on peut déceler une faible valeur du gradient Q qui entraîne une légère erreur, mais l'amplitude de l'harmonique 2 demeure toujours négligeable.

Alumine Degussit Al 23

Les résultats obtenus avec $x_1 = 0,2$ cm et $x_2 = 0,6$cm sont consignés dans le tableau ci-après.

θ_o	K_o	$\frac{dK}{d\theta}$	α	θ_1	$\frac{\alpha\theta_1}{4}$	Q	$\alpha Q(x_1-x_2)$	Erreur
60ºC	0,08	-1/5000	1/400	0,5ºC	1/3200	-3º/cm	-3/1000	0,3%
120ºC	0,067	-1/5000	1/335	0,5ºC	1/2680	-4º/cm	-1/210	0,5%
199ºC	0,055	-1,5/	1/336	0,5ºC	3/8800	-6º/cm	-72/11000	0,7%
286ºC	0,041	-1/10000	1/420	0,5ºC	1/3360	-9º/cm	-6/700	0,9%
76ºC	0,033	-1/15000	1/495	0,5ºC	1/3960	-9º/cm	-36/4950	0,8%
493ºC	0,025	-1/20000	1/500	0,5ºC	1/4000	-12º/cm	-48/5000	1%
586ºC	0,022	-1/30000	1/660	0,5ºC	1/5280	-12º/cm	-24/3300	0,8%
657ºC	0,020	-1/40000	1/750	0,5ºC	1/6000	-19º/cm	-76/750	1%
700ºC	0,019	-1/40000	1/760	0,5ºC	1/6080	-19º/cm	-1/100	1%
896ºC	0,016	-1/80000	1/1280	0,5ºC	1/10000	-27º/cm	-80/10000	0,8%
989ºC	0,015	-1/120000	1/1800	0,5ºC	1/16000	-28º/cm	-56/9000	0,7%

On constate donc, qu'aussi bien à basse température qu'à haute température, l'amplitude de l'harmonique 2 n'entraîne aucune erreur sur la mesure de D. Mais ce matériau étant isolant on a, même à basse température, un gradient permanent Q qui peut atteindre jusqu'à 30º/cm à la température de 1000ºC, et la présence de ce gradient entache la mesure de D d'une erreur par défaut qui n'excède pas 1%.

2. INTERPRETATION DES RESULTATS

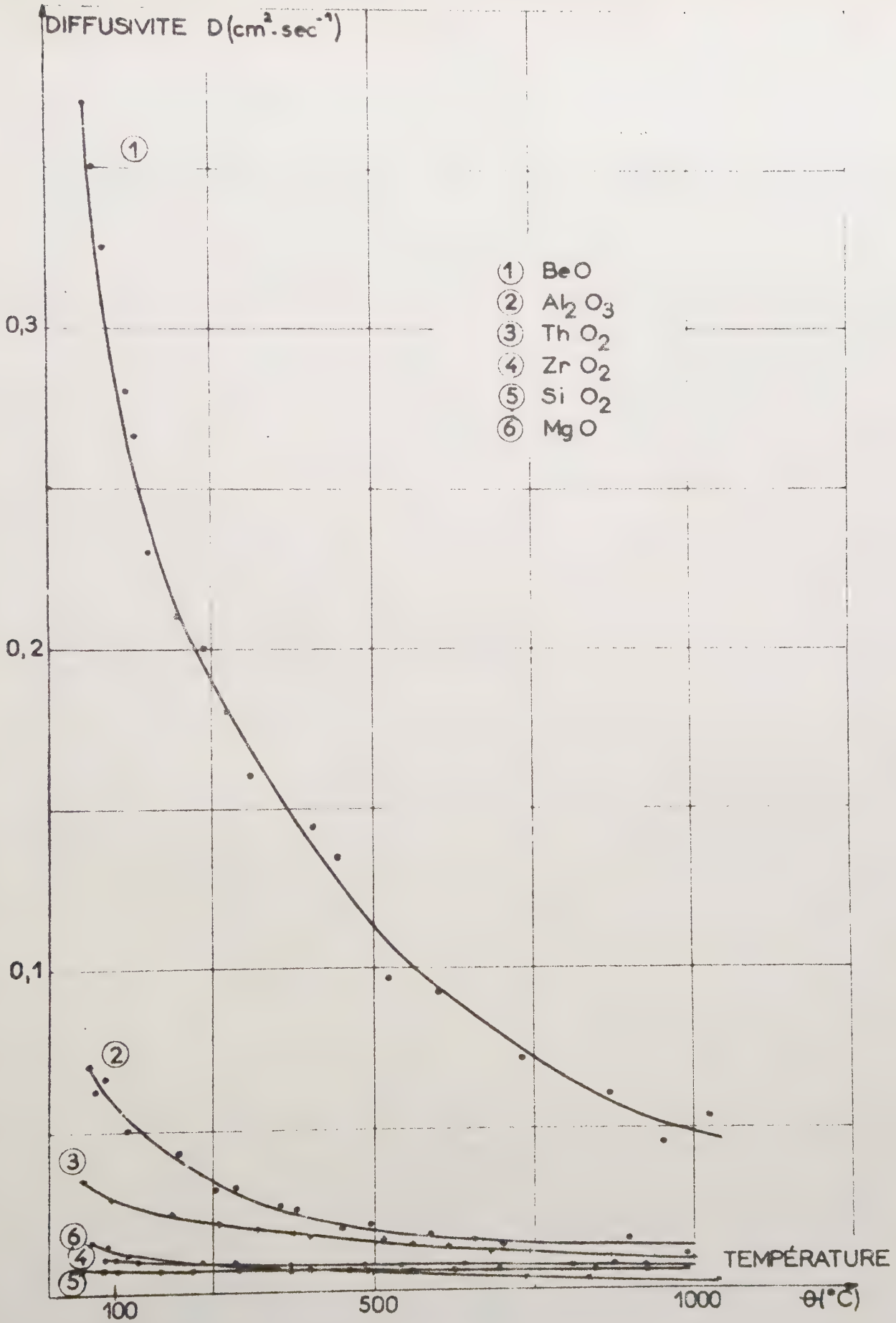
a) Oxydes purs

Considérons le graphique sur lequel nous avons rassemblé les courbes donnant le coefficient de diffusivité des oxydes purs étudiés. Les courbes 1, 2, 3, 4 se situent les unes par rapport aux autres sensiblement comme celles donnant le coefficient de conductiviyé desces oxydes (Milton Adams [9], S.Francl et W. Kingery [7], David Ditmars [8]).

Quant à l'oxyde de magnésium Mgo, le monocristal étudié est beaucoup plus isolant thermique, surtout à haute température que la magnésie frittée. En effet, pour une température de 500ºC, le monocristal a une diffusivité égale à 0,0051cm^2/sec sa chaleur spécifique est 0,209 cal/gºC et sa densité apparente 3,63 g/cm^3, on en déduit la valeur du coefficient de conductivité thermique K soit 0,0038 cal/secºC cm. Or Milton Adams et Loeb donnent à cette température, pour la magnésie frittée une valeur de K égale à 0,032 cal/sec ºC cm soit dix fois supérieure. Nous vérifierons cette anomalie particulière au monocristal en effectuant les mesures de diffusivité sur un échantillon de magnésie frittée.

Les résultats obtenus pour la silice fondue confirment le fait que la conductivité est plus grande dans les cristaux que dans les corps à l'état vitreux. En effet, la conductivité calculée à partir des mesures de diffusivité est à 0ºC de 0,0072 cal/sec cmºC alors que la conductivité du quartz est de 0,030 dans le cas d'une propagation suivant l'axe et de 0,015 dans le cas d'une propagation perpendiculaire à l'axe. On explique ce phénomène en admettant que la silice fondue se présente sous la forme d'un réseau continu mais désordonné de liaisons silicium-oxygène dans lequel la dimension d'un grain est celle d'un tétraèdre élémentaire de la structure (E-U-Coudon[14]). Le libre parcours moyen des phonons est donc limité par la dimension d'un grain.
L'écart entre les valeurs du coefficient de conductivité obtenues pour la forme cristallisée et la forme amorphe n'est cependant pas considérable et la zircone par exemple à une conductivité très faible aussi bien à l'état cristallisé qu'à l'état amorphe.

Notons enfin que la courbe donnant les variations du coefficient de conductivité de l'oxyde de bérylium ne coïncide pas avec celle obtenue par Delmas. Cette dernière est au-dessus jusqu'à 500ºC puis passe ensuite en dessous. On a un écart maximum à basse température (0,08 cm^2/ sec pour 200ºC). Elle est également en dessous de celle obtenue par Sicard (Thèse[1])


DIFFUSIVITE D(cm².sec⁻¹)
0,3
0,2
0,1
① BeO
② Al₂O₃
③ ThO₂
④ ZrO₂
⑤ SiO₂
⑥ MgO
100
500
1000
TEMPÉRATURE
θ(°C)

b - Oxydes frittés poreux (Alumine et zircone)

Considérons le graphique sur lequel nous avons rassemblé les courbes donnant la variation avec la température du coefficient de diffusivité de six échantillons d'alumine et de silico-alumineux de porosités différentes (voir page 36) . Dans ces matériaux poreux la transmission de la chaleur s'effectue à travers les pores et à travers le squelette ; mais alors que la transmission à travers le squelette s'effectue seulement par conduction le transfert dans les pores se fait par conduction, convexion et rayonnement. Le transfert par convexion peut cependant être négligé dans des pores ayant des dimensions inférieures à 5mm à la pression normale, ce qui est le cas des échantillons que nous avons étudiés. Jusqu'à 500ºC le transfert s'effectue surtout par conduction à travers le gaz remplissant les pores alors qu'au dessus de 500ºC la transmission par rayonnement devient prépondérante (F. Bouvet et C. Gewiss [12]).

Traçons pour différentes températures les courbes donnant le coefficient de diffusivité des échantillons d'alumine étudiés en fonction de la porosité.

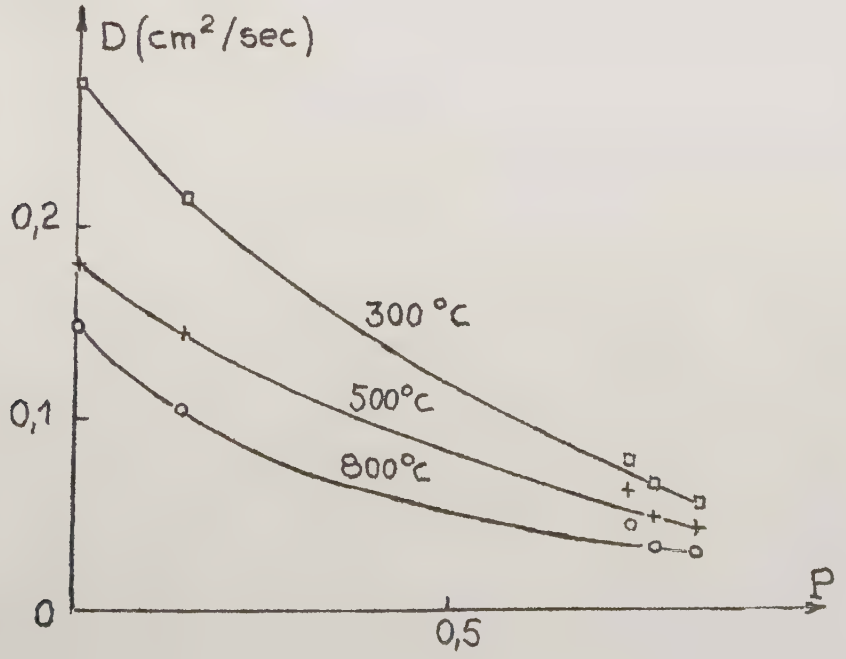
Degussit Al 23 -Porosité : P = 0
Degussit Al 25 -Porosité : P = 0,14
Al_2O_3 Norton -Porosité : P = 0,74

Al_2O_3 expansée -Porosité : P = 0,76

Al_2O_3 Prost -Porosité : P = 0,82

Al_2O_3 Baïkowsky -Porosité : P = 0,70

avec $P = \frac{\text{volume des pores}}{\text{volume total}}$



On constate sur ce graphique que pour une température donnée la diffusivité décroît quand la porosité croît. Cependant on remarque que que les points correspondant à l'alumine Baïkowsky ne se placent pas sur ces courbes. On peut expliquer cette anomalie par le fait que cet échantillon poreux est constitué d'un squelette lui même microporeux à pores très petits et clos. Le coefficient de conductivité thermique K déduit des mesures de diffusivité est donc plus faible pour un matériau à pores clos que pour un matériau à pores ouverts, par exemple l'alumine Norton dont la porosité est voisine de celle de l'alumine Baïkowsky. Or le matériau à pores étanches comporte un plus grand nombre de petits pores. La surface des pores participant au rayonnement est donc plus grande et on aurait pu s'attendre à obtenir un coefficient de conductivité plus élevé, surtout à haute température, que celui de l'échantillon à pores ouverts. L'expérience montre qu'il n'en est rien. Il semble donc que le rayonnement joue un rôle mineur dans la propagation de la chaleur dans les micropores.

Les dimensions et la forme des pores jouent en effet un rôle primordial dans la propagation de la chaleur à travers de tels échantillons. De nombreux auteurs ont proposé des relations donnant le coefficient de conductivité de matériaux à pores isomètriques (cubiques ou shériques), et à pores cylindriques dont on connaît la direction de l'axe. Citons en particulier Ribaud, Russel et Eucken. Mais toutes ces relations ne donnent en général que des résultats approchés. En effet, un matériau poreux présente la plupart du temps des pores de dimensions, de forme, et d'orientation très diverses et il est difficile de définir leur géométrie. En règle générale ces relations donneront des valeurs de la conductivité et par suite de la diffusivité très supérieures à celles déterminées expérimentalement.

Nous allons à titre d'exemple, utiliser ces relations théoriques pour calculer le coefficient de diffusivité à 300°C d'un échantillon de zircone (Degussit ZR 25) de densité apparente 4,5 g/cm^3 dont nous avons rapporté la courbe de diffusivité sur le graphique de la page 32 comportant également celle de la Degussit ZR 23, dense et de densité apparente 5,4 g/cm^3.

Soit tout d'abord la relation de Ribaud :

$$Kp = ka\ P^{1/3} + K_S\ (1 - P^{2/3})$$

kp : conductivité de l'échantillon poreux
k_a : " " l'air
KS : " " l'échantillon dense
P : Porosité

La porosité de la Degussit ZR 25 est 0,157. On peut déterminer la conductivité de l'échantillon dense ZR 23 à partir de la diffusivité mesurée à 300ºC D= 0,0087 cm^2/sec

$$K_S = \rho\, C\, D = 5,4 \times 0,105 \times 0,0087 = 0,0048 \text{ cal/sec cmºC}$$

La conductivité de l'air à 300ºC est (F.L Keyes [15])

$K_a = 0,000107$ cal/sec. cmºCd'où la conductivité à 300ºC de la Degussit ZR 25

$$K_p = 0,00010 \times 0,157^{1/3} + 0,0048(1-0,157^{2/3})$$

$K_p = 0,0034$ cal/sec ºC cm et son coefficient de diffusivité est :

$$D = \frac{0,0034}{4,5 \times 0,105} = 0,0073 \text{ cm}^2/\text{sec}$$ valeur supérieure à la diffusivité mesurée : $D=0,0043 \text{ cm}^2/\text{sec}$

Utilisons maintenant la relation de Russel :

$$K_p = K_S \frac{P^{2/3} - \emptyset(1-P^{2/3})}{P^{2/3} - P + \emptyset\,(1-P^{2/3}+P)}$$

avec $\emptyset = \frac{K_S}{K_a}$, les autres dénominations restant les mêmes. Après avoir effectué les calculs on a :

$K_p = 0,0039$ cal/sec. cmºC d'où un coefficient de diffusivité calculé

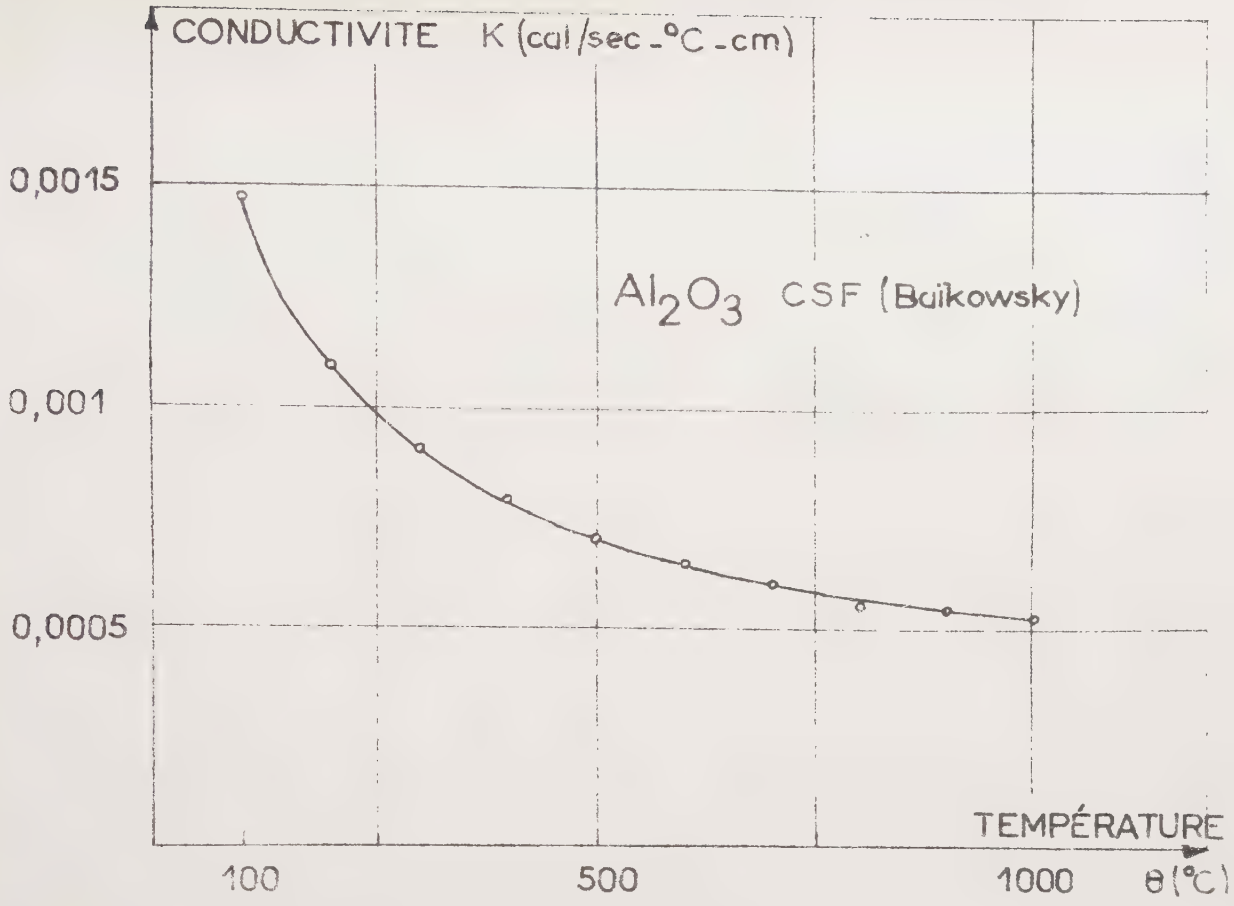
$$D = \frac{0,0039}{4,5 \times 0,105} = 0,0084 \text{ cm}^2/\text{sec},$$ valeur encore très supérieure à celle que nous avons mesurée.

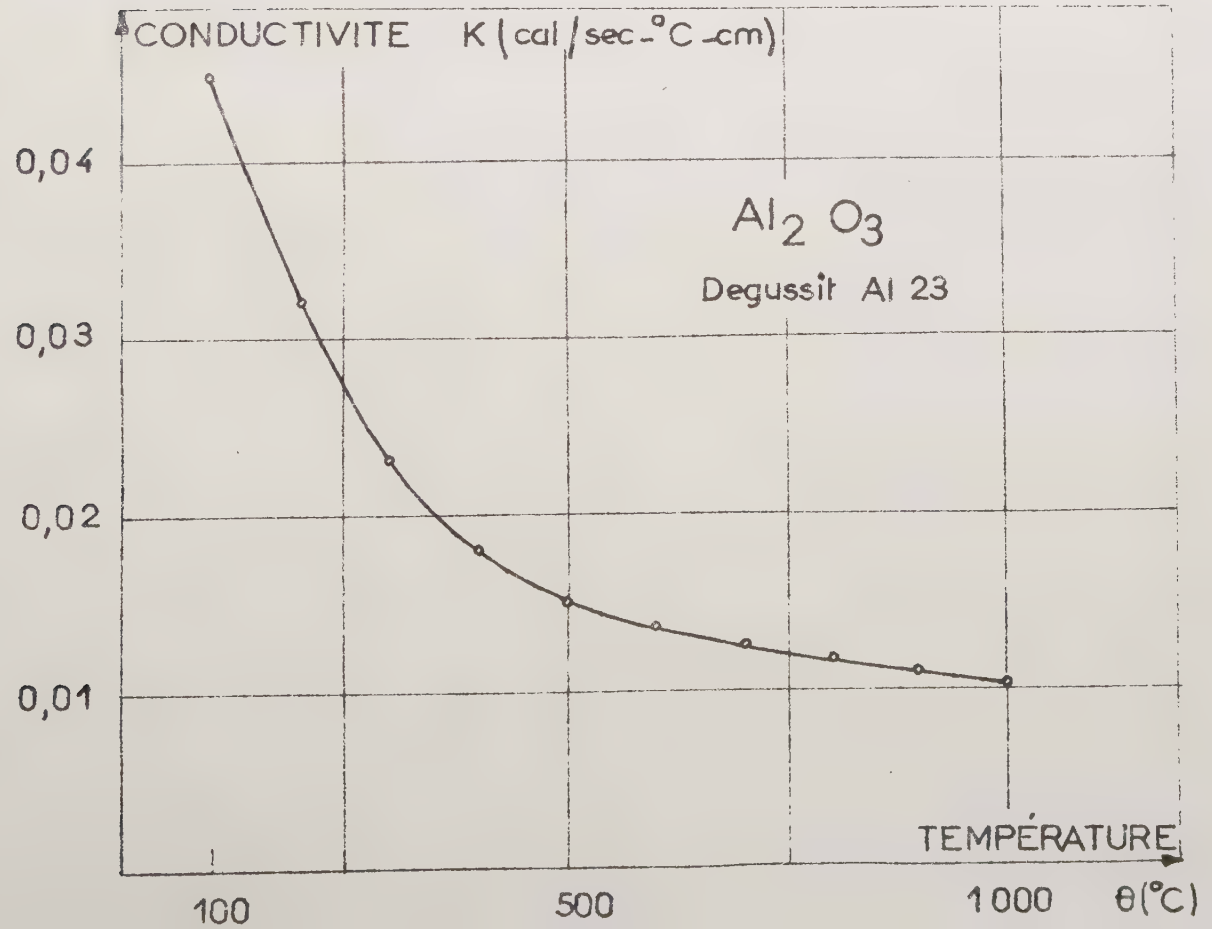
Considérons enfin la relation proposée par Euchen :

$$K_p = K_S \frac{1 + 2P \frac{1-\emptyset}{2\emptyset+1}}{1 - P \frac{1-\emptyset}{2\emptyset+1}}$$

Tous calculs effectués, il vient : $K_p = 0,0038$ cal/sec cmºC d'où $D= 0,0082 \text{ cm}^2/\text{sec}$

Toutes ces relations conduisent donc à des valeurs supérieures à celle que nous avons déterminée expérimentalement. De plus elles ne sont applicables que pour des échantillons de porosité n'excédant pas 50%. Une autre relation préconisée par Loeb permet d'atteindre des valeurs plus proches des résultats expérimentaux mais elle nécessite la connaissance de la géométrie des pores, à savoir leurs dimensions, leur facteur de forme et leur répartition. Elle est donc difficilement applicable dans le cas de matériaux courants.


CONDUCTIVITE K (cal/sec.°C.cm)
0,0015
0,001
0,0005
Al2O3 CSF (Baikowsky)
TEMPÉRATURE
100
500
1000
θ(°C)

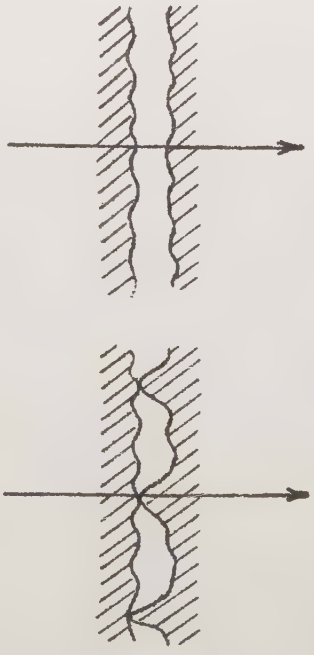

CONDUCTIVITE K (cal/sec.°C.cm)
0,04
0,03
0,02
0,01
Al2 O3
Degussit Al 23
TEMPÉRATURE
100
500
1000
θ(°C)

Pour terminer cette étude des oxydes poreux nous avons déduit des mesures de diffusivité effectuées sur l'alumine Degussit Al 23 d'une part et Al_2O_3 CSF Baïkowsky d'autre part, les courbes donnant la variation avec la température, du coefficient de conductivité thermique $K = \rho C D$. Les valeurs de la chaleur spécifique c sont celles données, pour l'alumine, par les Etablissements Degussa. Les résultats obtenus sont consignés sur les deux graphiques ci-joint. On remarquera que la courbe obtenue pour Al 23 se situe légèrement au-dessous de celles proposées par Francl et Kingery ou Milton Adams et Loeb.

c - Résistance thermique de contact

Les conditions aux limites régissant la propagation de la chaleur dans un système constitué de deux matériaux en contact sont encore très mal connues. On constate cependant expérimentalement que le transfert de chaleur s'accompagne d'une chute rapide de température, à travers la surface de contact, l'écart de température étant proportionnel à la densité de flux qui traverse la surface de séparation. Le coefficient de proportionalité est appelé résistance thermique de contact (H. Cordier[10])

On peut représenter par deux schémas simples le phénomène de conduction au voisinage de la surface de contact : Supposons tout d'abord qu'entre les surfaces en contact subsiste une couche d'air (ou de fluide quelconque), on peut admettre que l'épaisseur moyenne de cette couche est constante et qu'elle est suffisamment mince pour qu'il n'y ait pas de pertes latérales. La résistance de contact est alors constituée par la résistance thermique de la couche d'air. Supposons maintenant, qu'en plus de la couche d'air les aspérités des surfaces assurent un contact parfait en des points régulièrement répartis. Les lignes isothermes sont alors perturbées au voisinage du contact. L'étude théorique de ces 2 schémas montre qu'ils conduisent aux mêmes résultats.



Des études systématiques faites par H. Cordier [10] ont permis de montrer que la résistance de contact dépendait en particulier de la pression du contact, des états de surface, de la nature des matériaux en contact et de la nature du fluide emprisonné entre les surfaces de contact.

L'étude que nous avons faite avait seulement pour but de montrer que l'insertion dans un matériau d'une résistance thermique de contact diminuait considérablement la valeur du coefficient de diffusivité. Nous avons effectué cette expérience avec des plaquettes d'alumine Degussit Al 23 comme nous l'avons vu page 37. Il semble que ce soit le second schéma décrit plus haut que nous devions retenir. Nous avons évalué la pression exercée sur le contact à 140 g/cm^2 et la hauteur des aspérités des surfaces en contact, par une observation au microscope, à 10 μ . La courbe de diffusivité obtenue est représentée par le graphique de la page 34 (courbe 2). La courbe 1 correspond à un échantillon massif de Degussit Al 23. On remarque un écart très important entre les deux courbes, surtout à basse température : 0,04 cm^2/sec à 1000°C, 0,02 cm^2/ sec à 300°C mais seulement 0,005 cm^2/ sec à 1000°C.

Nous nous proposons de poursuivre cette étude pour différents états de surface et différentes pressions.

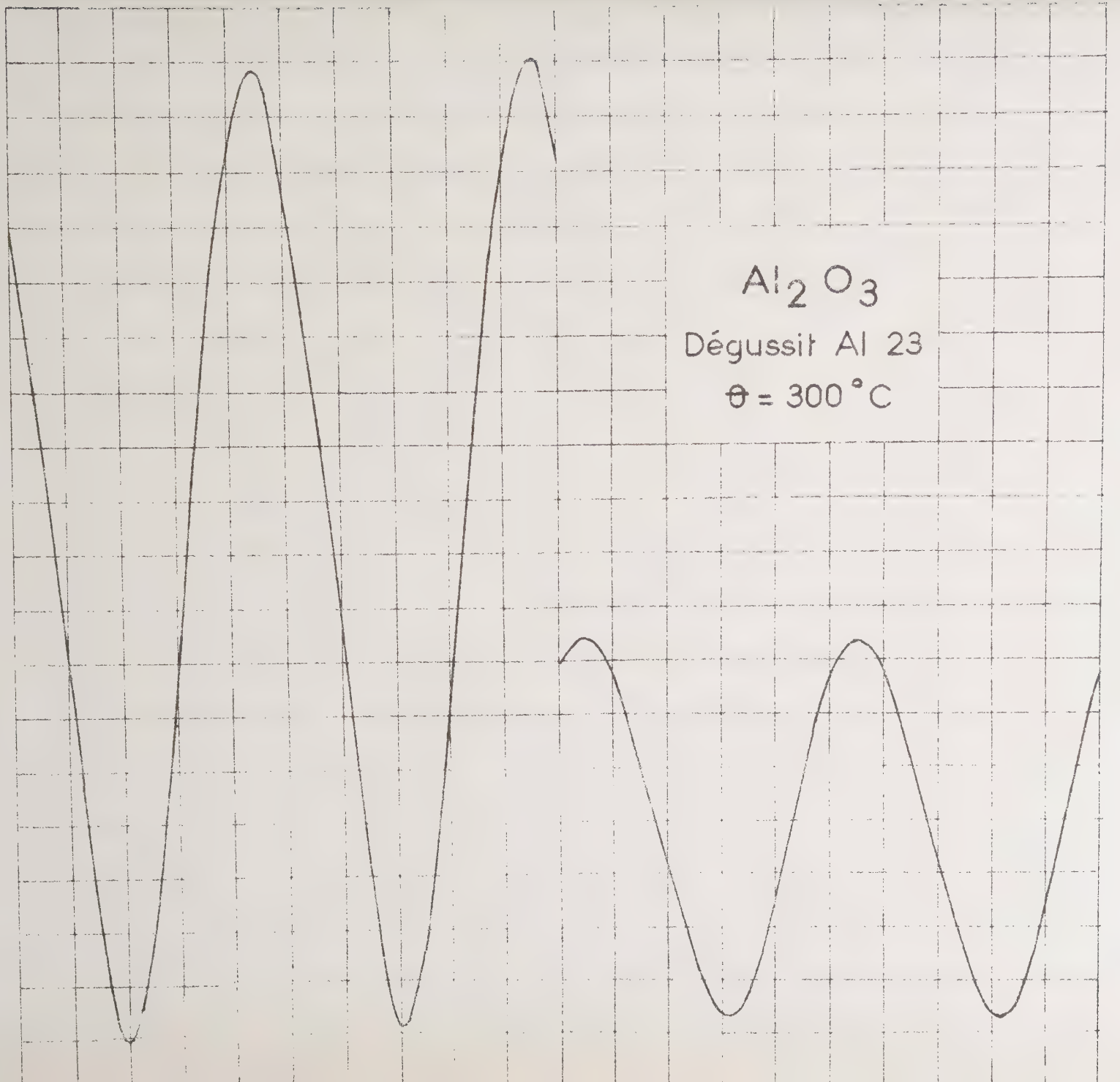
CONCLUSION

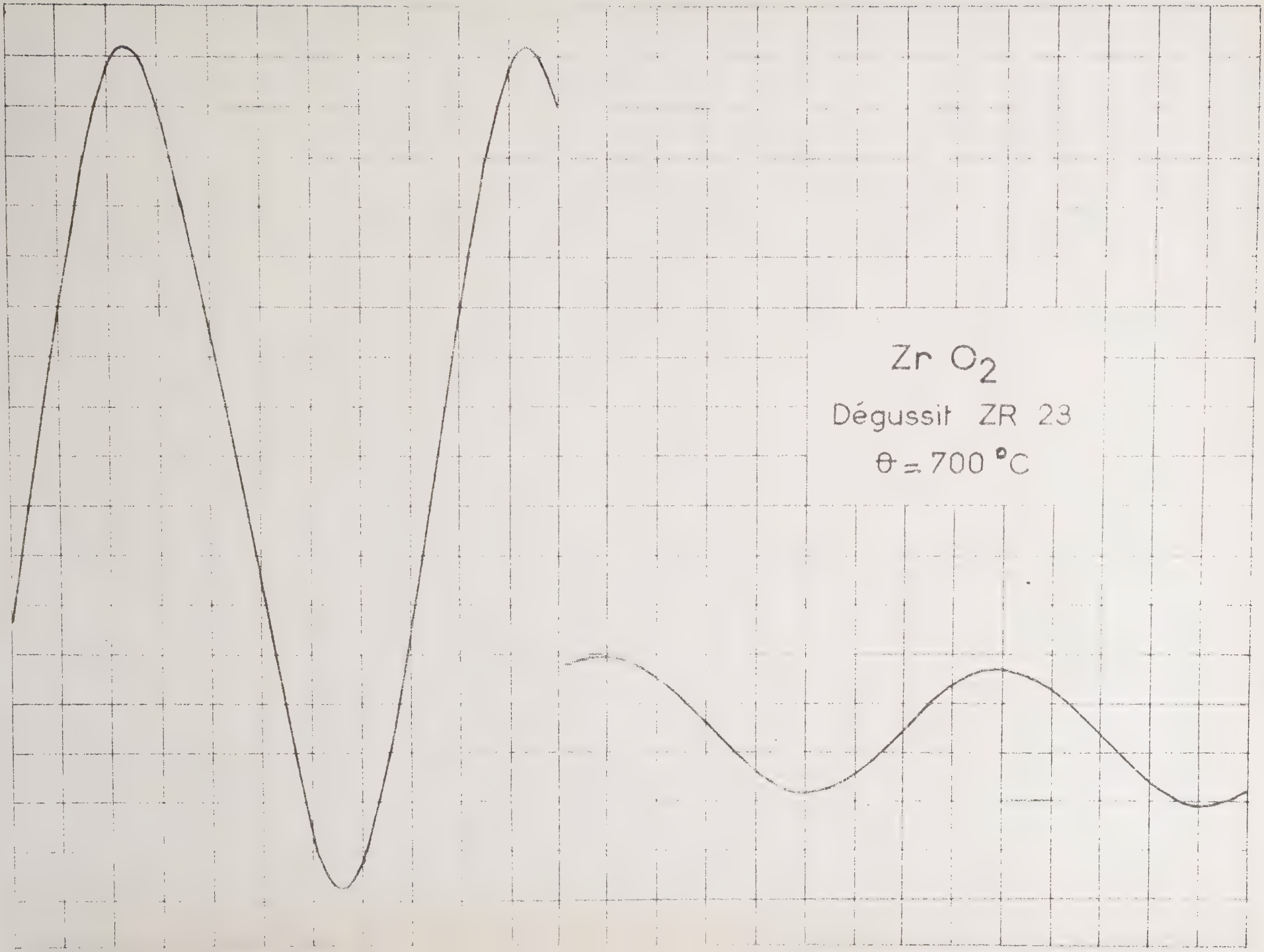
Dans ce travail nous avons monté et utilisé pour des essais systématiques, un dispositif de mesure de diffusivité thermique. Nous avons étudié les variations avec la température du coefficient de diffusivité thermique de quelques oxydes frittés. Les courbes obtenues permettent, connaissant les courbes de variations du coefficient de conductivité thermique, d'en déduire celles des chaleurs spécifiques ou réciproquement.

Les résultats obtenus pour les oxydes poreux montrent qu'en général le coefficient de diffusivité décroît quand la porosité croît avec toutefois une anomalie concernant les échantillons à squelette microporeux.

Enfin, sur un échantillon possédant une surface de contact nous avons mis en évidence l'influence de la résistance thermique d'interface produisant une diminution considérable du coefficient de diffusivité.

Le dispositif employé pour les mesures s'est avéré à l'usage très satisfaisant. Comme le montre la photographie d'un diagramme, l'enregistrement continu est très stable et sans vibrations. Nous nous proposons d'améliorer ce dispositif en simplifiant le système d'attaque thermique et en améliorant la programmation du four. Nous pensons ainsi poursuivre avec plus de facilité des études systématiques dans les différents domaines qui ont fait l'objet de ce travail.


Al_2O_3
Dégussit Al 23
$\vartheta = 300\,^{\circ}C$


ZrO_2
Dégussit ZR 23
$\theta = 700\,^{\circ}C$

BIBLIOGRAPHIE

(1) L. SICARD - Thèse - Détermination du coefficient de diffusivité thermique en régime variable - 1959

(2) L.EYRAUD, L. SICARD, R. REYNAUD, C. GUILLAUD. L'amplification de puissance des phénomènes lentement variables - (bulletin de l'union des physiciens n° 449)

(3) L. SICARD, L. EYRAUD, J. ELSTON, Ch. EYRAUD. Influence de la variation du coefficient de conductivité thermique avec la température sur la propagation de la chaleur en régime variable périodique.

(4) CARSLAW and JEAGER - Conduction of heat in solids - Oxford university press. 1959

(5) M.H Mc ADAMS - Transmission de la chaleur. Dunod' 1961

(6) KERN. Process heat transfer -Mc Grax hill book company inc 1950

(7) J. Francl and W. Kingery - Thermal conductivity - Part II- IV- 1954

(8) DAVID DITMARS and DEFOE C. GUINING- Thermal conductivity of berylium oxyde journal of ressearch of the national bureau of standards - vol 59 n° 2 -1957

(9) MILTON ADAMS and A. LOEB - Thermal conductivity - 1951

(10) H.CORDIER - Etude expérimentale des résistances thermiques de contact - Annales de physique n°1 - 2 - 1961

(11) R; ALAMI, P. AGERON - Evacuation et récupération de la chaleur des réacteurs nucléaires - Dunod - 1958

(12) F. BOUVET, C. GEWISS - Etude de la conductibilité thermique de matériaux réfractaires isolants pour utilisation nucléaire DM/874 - juin 1960.

(13) KINGERY - Journal of the american ceramic society -vol 27n°2

(14) E.U CONDON - Physics of the glassy state- An. J; Phys. 1954

(15) FL KEYES - Tech. Rept. 37 -1952

VU :

Les membres du Jury,

MM. R. BERNARD
Ch. EYRAUD
L. EYRAUD
J. ELSTON
L. SICARD

VU
et approuvé :

Pour le Doyen de la Faculté
des Sciences

l'Assesseur,

J. BRACONNIER

Vu et accordé le permis d'imprimer :

LYON, le 19 octobre 1961

Le Recteur,
Président du Conseil de l'Université.

P. LOUIS